

Betriebsanleitung
Gefriertrocknungsanlage

BETA 1-8 LDplus

Best.-Nr. 101581

BETA 2-8 LDplus

Best.-Nr. 101582





Version 11.2006 – Originalbetriebsanleitung
Revision 1.10 vom 19.12.2013

Betriebsanleitung

BETA 1-8 LDplus
BETA 2-8 LDplus

Auftrags-Nummer:

Fabrik-Nummer:

Bei einer Rückfrage bitten wir um Bekanntgabe der vorstehenden Nummern.

Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen GmbH
An der Unteren Söse 50
37520 Osterode am Harz
Deutschland

Tel. +49 (0) 55 22 / 50 07-0
Fax +49 (0) 55 22 / 50 07-12
E-mail: info@martinchrist.de
Internet: www.martinchrist.de

Servicekontakt:

Serviceanforderung online unter

www.martinchrist.de → [Servicebereich]

Tel. +49 (0) 55 22 / 50 07-84 25
Fax +49 (0) 55 22 / 50 07-94 25
E-mail: service@martinchrist.de

Inhalt

1. Allgemeine Information

1.1. Einleitung

Was bedeutet Gefriertrocknung (Lyophilisation)?

Gefriertrocknung heißt: Wasserentzug aus gefrorenem Material. Die Trocknung erfolgt dabei unter Umgehung des flüssigen Aggregatzustandes durch Sublimation; d. h. direkte Überführung von Eis in Dampf. Dies geschieht unter Vakuum, wobei in dem eingebrachten Gut in der Regel Temperaturen tiefer als -10°C herrschen.

Das Ziel der Gefriertrocknung ist, ein sehr leicht wasserlösliches Produkt zu erhalten, das nach Hinzufügen von Wasser die Eigenschaften des Ausgangsgutes unverändert aufweist.

Da die Trocknung im gefrorenen Zustand bei sehr niedrigen Temperaturen erfolgt, gelingt es z. B. Eiweiße zu trocknen, die dabei nicht denaturieren. Auch die meisten übrigen chemischen Verbindungen bleiben qualitativ und quantitativ unverändert.

Durch die Gefriertrocknung wird das Gut, vorwiegend biologischen Ursprungs - Gewebe, Gewebeextrakte, Bakterien, Impfstoffe und Seren - in eine Trockenform überführt. Bei diesem Prozess entfallen weitgehend enzymatische, bakterielle und chemische Veränderungen.

Es kann gesagt werden, dass die Gefriertrocknung das schonendste Verfahren zur Konservierung der biologischen Eigenschaften empfindlicher Gewebe und Gewebebestandteile ist.

Auch wenn bei der Trocknung anorganischer Materialien, beispielsweise nanoskaliger Dispersionen, die Teilchenoberfläche unverändert bleiben soll, ist die Lyophilisation die Methode der Wahl.

1.2. Anwendungsgebiet

Die Gefriertrocknungsanlage
BETA 1-8 LDplus / BETA 2-8 LDplus ist eine leistungsfähige, universell verwendbare Labor- und Technikumsanlage zur Gefriertrocknung von festem oder flüssigem Ausgangsgut in Ampullen, Flaschen, Glaskolben, Plasmaflaschen oder Schalen. Es können die folgenden Verfahrensschritte in der Anlage durchgeführt werden:

- Einfrieren (ungeregelte Stellflächentemperatur)1
- Gefriertrocknung (Sublimation) der Produkte nach beliebig vorgewählten Temperatur- und Druckgrenzwerten
- Nachtrocknen der Produkte bei hohem Endvakuum zur Entfernung des kapillar und molekular gebundenen Wassers.

Die Gefriertrocknungsanlage **BETA 1-8 LDplus / BETA 2-8 LDplus** ist geeignet für die Gefriertrocknung von z. B. Bakterien und Viruskulturen, Blutplasma, Serumfraktionen, Antikörpern, Seren, Impfstoffen und pharmazeutischen Produkten wie Chloramphenicol, Streptomycin, Vitaminen, Fermenten, sowie Pflanzenextrakten für biochemische Untersuchungen.

[1] Erfolgt üblicherweise separat in einer Tiefkühltruhe

1.3. Technische Daten

	BETA 1-8 LD$_{plus}$	**BETA 2-8 LD$_{plus}$**
Leistungsdaten		
Eiskondensatorkapazität	max. 8kg	max. 8kg
Eiskondensatorleistung[1)]	max. 6kg/24h	max. 6kg/24h
Eiskondensator-temperatur[1)]	ca. –55°C	ca. –84°C
Stellflächen- bzw. Produkttemperatur beim Einfrieren innerhalb der Eiskondensatorkammer	ca. –25°C	ca. –50°C
Eiskondensatorkammer-volumen	ca. 11l	ca. 11l
Max. Stellfläche bei Trocknung außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B):	5 Stellflächen, Ø265 A_{ges} 0,28m^2 Abstand 79mm Zub.-Nr.: 120902 oder 5 Stellflächen, Ø360 A_{ges} 0,51m^2 Abstand 70mm Zub.-Nr.: 120916	5 Stellflächen, Ø265 A_{ges} 0,28m^2 Abstand 79mm Zub.-Nr.: 120902 oder 5 Stellflächen, Ø360 A_{ges} 0,51m^2 Abstand 70mm Zub.-Nr.: 120916
Max. Stellfläche bei Trocknung in Injektions-flaschen mit Verschließen unter Vakuum oder Stick-stoffatmosphäre außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B):	4 Stellflächen, Ø250 A_{ges} 0,18m^2 Abstand: max. 50mm Zub.-Nr.: 121011	4 Stellflächen, Ø250 A_{ges} 0,18m^2 Abstand: max. 50mm Zub.-Nr.: 121011
Trocknung in Rundkolben, max. Eiskondensator-kapazität von 8kg beachten (Verfahren B):	12 Stück bzw. 24 Stück	12 Stück bzw. 24 Stück

	BETA 1-8 LD_{plus}	**BETA 2-8 LD_{plus}**
Physikalische Daten (ohne Vakuumpumpe):		
Abmessungen der Anlage:	Breite: 780mm Höhe: 415mm Tiefe: 540mm (inkl. Vakuum-flanschanschluss)	Breite: 780mm Höhe: 415mm Tiefe: 540mm (inkl. Vakuum-flanschanschluss)
Gewicht:	ca.63kg	ca.78kg
Geräuschpegel nach DIN 45635:	54 dB(A)	54 dB(A)
Funkentstört gemäß EN 55011	Klasse B	Klasse B
Füllmengen:		
Kältemittel:	siehe Anlagenrückwand	siehe Anlagenrückwand
Anschlussdaten mit Vakuumpumpe 0,4KVA:		
Elektrischer Anschluss:	1 x 230V / 50-60 Hz (andere Anschluss-werte auf Anfrage)	1 x 230V / 50-60 Hz (andere Anschluss-werte auf Anfrage)
Leistungsaufnahme:	1,3 kVA	2,0 kVA
Max. Stromaufnahme:	4,5 A	9 A
Absicherung:	10 A	12 A
Umgebungstemperatur:	+10°C bis +25°C (höhere Temperatur auf Anfrage)	+10°C bis +25°C (höhere Temperatur auf Anfrage)
Betriebsmittelanschlüsse:		
Vakuumanschluss:	Kleinflansch-verbindung DN 25KF (ISO 28403, DIN 2861)	Kleinflansch-verbindung DN 25KF (ISO 28403, DIN 2861)
Ablass- und Belüftungsventil:	Schlauchtülle DN10 (Außendurch-messer 12mm)	Schlauchtülle DN10 (Außendurch-messer 12mm)

[1)] Alle angegebenen Werte (insbesondere Temperaturen, Leistung und Kapazität) beziehen sich auf die Nominal-Umgebungs-temperatur +20°C.

1.3.1. HINWEIS! Technische Dokumentation

Die technische Dokumentation der Gefriertrocknungsanlage **BETA 1-8 LDplus /BETA 2-8 LDplus** (z.B. Stromlaufpläne, Kälteschema) sowie die Sicherheitsdatenblätter der Hersteller für Kältemittel und Wärmeträger sind dieser Betriebsanleitung nicht beigefügt.

Sie können diese Unterlagen im Internet unter www.martinchrist.de mit dem Formular **"Serviceanforderung"** bei uns anfordern.

1.4. Lieferumfang

Zum Lieferumfang gehören:

- 1 Tube Hochvakuumfett
- 1 Liter Vakuumpumpenöl (nur bei mitgelieferter Pumpe)
- 0,5m Ablassschlauch (Silikon 9x12mm)
- 1 Betriebsanleitung sowie ausführliche technische Unterlagen

Nicht zu unserem Lieferumfang gehören:

- Die Inbetriebnahme (innerhalb der Bundesrepublik Deutschland) wird auf Wunsch gegen Berechnung nach Aufwand durchgeführt.
- Die Verlegung der Auspuffleitung der Vakuumpumpe (nicht erforderlich bei Verwendung eines Auspufffilters)

1.5. Normen und Vorschriften

Beachten sie bitte die beiliegende EG-Konformitätserklärung

1.6. Sicherheitshinweise

1.6.1. ACHTUNG! Netzstecker ziehen!

Da in der Anlage unter Spannung stehende Teile zugänglich sind, muss vor dem Öffnen der Seitenverkleidungen oder vor Entfernen des Bedienpultes der Netzstecker gezogen werden.

Für Wartungsarbeiten ist die Anlage mit dem Netzschalter auszuschalten.

1.6.2. ACHTUNG! Lösungsmittel!

Ausgangsgut mit z. B. hoher Lösungsmittelkonzentration oder säurehaltiges Gut können nicht ohne besondere Schutzmaßnahmen und apparative Vorkehrungen, wie z. B. Kühlfalle zum Schutz der Vakuumpumpe getrocknet werden (ggf. Rückfrage im Werk). Das Gerät kann auch durch Korrosion beschädigt werden.

Besondere Vorsicht ist bei der Handhabung mit Aziden geboten, da sich in Verbindung mit Kupfer oder Buntmetallen ein gefährlicher Sprengstoff bildet! Eine Rückfrage im Werk ist unbedingt erforderlich!

1.6.3. HINWEIS! Reinigung und Pflege der Anlage!

Bei infektiösen, toxischen, pathogenen und radioaktiven Substanzen sind die Gefahrenhinweise der zugehörigen Sicherheitsvorschriften zu beachten.

1.6.4. ACHTUNG! Festfrieren von Gliedmaßen!

Während des Betriebes der Gefriertrocknungsanlage kann es zu gefährlichen Situationen in der Eiskondensatorkammer kommen. Beim Einsetzen der Stellflächen ist darauf zu achten, dass die Gliedmaßen nicht mit dem Eiskondensator in der Eiskondensatorkammer in Berührung kommen, da sonst das Gliedmaß dort anfrieren kann. Ein Ablösen des Gliedmaßes ist nur unter Zuführung von Wärme möglich. Es sollte jedoch keine Flüssigkeit verwendet werden.

1.6.5. HINWEIS! Transporthinweis!

Bitte bewahren Sie die Verpackung für evtl. späteren Versand auf.

Die Anlage sollte von zwei Personen durch seitliches Unterfassen transportiert werden.

ACHTUNG! Zum Transport oder zum Aufstellen der Anlage nicht am Kunststoff-Bedienpult angreifen. Beim Absetzen der Anlage auf die Tischfläche ist die Gefahr des Einklemmens der Hand/Finger zu beachten.

1.7. Unzulässige Gefriertrocknungsvorgänge

1. Betrieb der nicht fachgerecht installierten Gefriertrocknungsanlage.
2. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit abgenommener Verkleidung.
3. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage durch nicht autorisiertes Personal.
4. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit nicht ordnungsgemäß eingesetzten Stellflächen.
5. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit stark korrodierenden Substanzen (z.B. Salzsäure). Diese dürfen nicht oder nur unter besonderen Vorsichtsmaßnahmen getrocknet werden. Diese dürfen keine Materialschäden verursachen und die mechanische Festigkeit der Eiskondensatorkammer, der Trocknungskammer, des Deckels sowie des Zubehörs nicht beeinträchtigen.
6. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage mit Zubehörteilen, die nicht vom Hersteller zugelassen sind, mit Ausnahme handelsüblicher Gefriertrocknungsgefäße aus Glas oder Kunststoff. Vor der Benutzung minderwertiger Handelsware wird ausdrücklich gewarnt. Glasbruch oder platzende Gefäße können beim Gefriertrocknen gefährliche Zustände erzeugen.
7. Betrieb der Gefriertrocknungsanlage in explosionsgefährdeten Räumen.
8. Während des Betriebes darf die Gefriertrocknungsanlage nicht angestoßen oder bewegt werden. Anlehnen oder Abstützen an der Gefriertrocknungsanlage ist unzulässig.
9. Kein potentiell gefährliches Material, z. B. Glasgefäße mit Flüssigkeiten, in der Nähe der Gefriertrocknungsanlage abstellen.
10. Gefriertrockengut, das unter Zuführung hoher Energie während des Gefriertrocknens reagieren könnte, darf nicht getrocknet werden.
11. Keine explosiven oder leicht brennbaren Substanzen gefriertrocknen.
12. Infektiöse, toxische, pathogene und radioaktive Substanzen dürfen nur in dafür geeigneten Gefäßen getrocknet werden.

2. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung

2.1. Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung

Die Gefriertrocknung ist die produktschonenste Methode, Materialien zu trocknen. Dabei wird das physikalische Phänomen der Sublimation ausgenutzt, d.h. der direkte Übergang vom festen in den gasförmigen Zustand. Zum Trocknen wird das gefrorene Produkt in die Vakuum-Trocknungskammer eingebracht. Die unter Vakuum bei der Trocknung ausgetriebene Feuchtigkeit wird an dem sehr kalten Eiskondensator angefroren, weshalb der Eiskondensator auch als Dampfpumpe bezeichnet werden kann. Daraus ergibt sich, dass die Vakuumpumpe nur die Aufgabe hat, die Luft aus der Trocknungskammer zu entfernen, nicht aber den ausgetriebenen Dampf abzupumpen (=Gaspumpe). Um den Sublimationsprozess in Gang zu setzen, muss dem Produkt Energie zugeführt werden. Dies erfolgt bei der Trocknung in Rundkolben, Weithalsflaschen, etc. durch die sehr viel wärmere Umgebung (direkte Kontaktwärme), bei unbeheizten Stellflächen durch Wärmeeinstrahlung aus der Umgebung und bei temperierbaren Stellflächen direkt durch die Stellflächen. Ist dem Produkt das "freie Wasser" vollständig entzogen, kann man durch ein sehr tiefes Vakuum auch noch das in Spuren enthaltene, adsorptiv gebundene Wasser entziehen. Dieser Teil des Trocknungsprozesses wird als Nachtrocknung (Desorption) bezeichnet.

Die Grundkomponenten einer Gefriertrocknungsanlage sind:

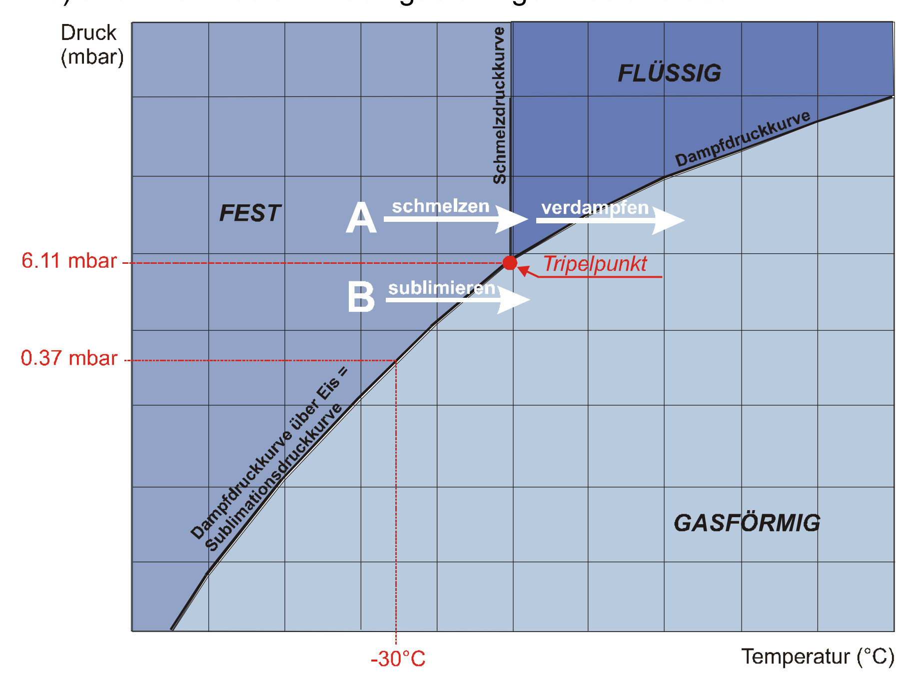
- Vakuum-Trocknungskammer mit Temperiereinrichtung
  a) beheizbare[2] bzw. unbeheizbare Stellflächen zum Trocknen in Schalen
  b) Stellflächen mit Verschlussvorrichtung zum Trocknen in Flaschen
  c) Gummiventile zum Anschluss von Rundkolben, Weithalsflaschen, etc.
  d) Trockenrechen zum Anschluss von Rundkolben, Weithalsflaschen, etc.

- Pumpeinrichtung zum Absaugen von Wasserdampf und Luft
  a) Vakuumpumpe zum Absaugen der Luft aus der Trocknungskammer (=Gaspumpe)
  b) Eiskondensator mit Temperaturen von -50°C bis -105°C (je nach Anlagentyp) zum Absaugen des Wasserdampfs aus der Kammer (= Dampfpumpe)

[2] Beheizbare (geregelte) Stellflächen sind nur mit LSC-Anlagensteuerung möglich.

Sublimation

Es soll das Prinzip der Sublimation kurz anhand der Zustandskurve von Wasser erklärt werden (Gefriertrocknung hauptsächlich wässriger Lösungen, siehe Dampfdruckkurve). Ist der Druck höher als 6,11 mbar, durchläuft das Wasser alle drei Zustände (fest, flüssig, gasförmig) bei der Temperaturerhöhung bzw. Erniedrigung. Bei 6,11 mbar treffen Schmelzdruckkurve, Dampfdruckkurve und Sublimationsdruckkurve in einem Punkt, dem Tripelpunkt zusammen. In diesem Punkt treten alle drei Zustände nebeneinander (gleichzeitig) auf. Unterhalb dieses Punktes, d.h. der Druck ist kleiner als 6,11 mbar, geht das Wasser bei Erreichen der Sublimationsdruckkurve (Dampfdruckkurve über Eis) direkt vom festen in den gasförmigen Zustand über.



Umrechnungstabelle "Dampfdruck über Eis" (Sublimationskurve)

Druckeinheiten: 1mbar = 100Pa

1Pa = 0,01mbar

Temperatureinheiten:

$$T = t + 273$$

$$t = T - 273$$

$$t_F = 1{,}8 \cdot t + 32$$

$$t = \frac{t_F - 32}{1{,}8}$$

T = thermodynamische Temperatur K (Kelvin)
t = Celsius-Temperatur °C
t_F = Fahrenheit-Temperatur °F

°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar	°C	≙mbar
0	6,110	-20	1,030	-40	0,120	-60	0,011
-1	5,620	-21	0,940	-41	0,110	-61	0,009
-2	5,170	-22	0,850	-42	0,100	-62	0,008
-3	4,760	-23	0,770	-43	0,090	-63	0,007
-4	4,370	-24	0,700	-44	0,080	-64	0,006
-5	4,020	-25	0,630	-45	0,070	-65	0,0054
-6	3,690	-26	0,570	-46	0,060	-66	0,0047
-7	3,380	-27	0,520	-47	0,055	-67	0,0041
-8	3,010	-28	0,470	-48	0,050	-68	0,0035
-9	2,840	-29	0,420	-49	0,045	-69	0,0030
-10	2,560	-30	0,370	-50	0,040	-70	0,0026
-11	2,380	-31	0,340	-51	0,035	-71	0,0023
-11	2,170	-32	0,310	-52	0,030	-72	0,0019
-13	1,980	-33	0,280	-53	0,025	-73	0,0017
-14	1,810	-34	0,250	-54	0,024	-74	0,0014
-15	1,650	-35	0,220	-55	0,021	-75	0,0012
-16	1,510	-36	0,200	-56	0,018	-76	0,0010
-17	1,370	-37	0,180	-57	0,016	-77	
-18	1,250	-38	0,160	-58	0,014	-78	
-19	1,140	-39	0,140	-59	0,012	-79	

Die Verfahrensschritte der Gefriertrocknung

Gefrieren

Unter atmosphärischem Druck
(z. B. bei –25°)

= Bildung der erforderlichen Eisstruktur



Trocknen

Unter Vakuum
z. B. bei 0,01 mbar

= hält Wasseranteil in Eisform

Zusätzlich erforderlich
Zuführung von Energie (Wärme)

aber: das Material bleibt gefroren!

(Hintergrund: das Vakuum bestimmt die Produkttemperatur)

2.2. Vorbereitung

Bei Anlagen, die mit dem Drucksteuerventil ausgerüstet sind, sollte die Möglichkeit des Warmlaufens der Vakuumpumpe genutzt werden. Für die Lebensdauer der Vakuumpumpe ist es vorteilhaft, wenn diese erst dann mit kondensierbaren Gasen belastet wird, wenn die Betriebstemperatur der Pumpe erreicht ist.

Die Vakuumpumpe kann bereits während des Gefrierens mit geschlossenem Drucksteuerventil betrieben werden. Die Vakuumpumpe sollte mindestens 15 Minuten warmlaufen bzw. vor dem Beginn der Haupttrocknung eingeschaltet werden.

Unter Umständen ist es möglich, dass während der Haupttrocknung das Vakuum in der Eiskondensatorkammer bzw. in der Trocknungskammer ansteigt (z. B. von 0,63mbar auf 0,47mbar), obwohl das Ventil zur Vakuumpumpe geschlossen ist. Dies ist physikalisch auf die Pumpwirkung des Eiskondensators zurückzuführen ("Cryo-Pumping-Effect").

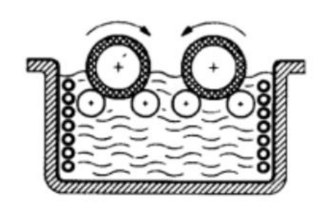
2.3. Gefrieren

Das Gefrieren des Gutes kann in kleineren Mengen innerhalb der Eiskondensatorkammer der Gefriertrocknungsanlage erfolgen. Größere Mengen werden z. B. in einer Tiefkühltruhe vorgefroren.

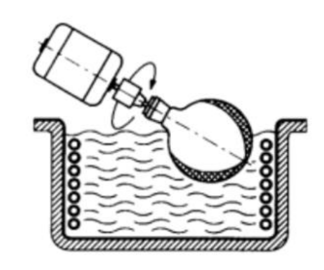
Sollen Flüssigkeiten in einer Schicht von größer als 1 cm in Flaschen getrocknet werden, so empfehlen wir, das Einfrieren mit einer Shell- oder Spin-Freezing-Vorrichtung (siehe Bild) in einem Kühlbad vorzunehmen. Durch die Zentrifugalkraft steigt die einzufrierende Flüssigkeit am Innenmantel der Flasche hoch und friert fest. Durch dieses Einfrierverfahren wird die Schichtstärke reduziert und damit die Gesamttrocknungszeit wesentlich verkürzt.



Kühlbad mit Spin-Freezing Vorrichtung



Schema Shell-Freezing



Schema Spin-Freezing

Es kann auf das Gefrieren in der Anlage verzichtet werden, wenn das Gut z. B. in einer Tiefkühltruhe vorgefroren bzw. gelagert wird. In diesem Fall ist es vor allem bei geringen Füllmengen zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Eventuelle Wasserrückstände müssen aus der Eiskondensatorkammer entfernt werden. Das Ablassventil wird geschlossen.

Der Schliffstopfen der Trocknungskammer muss mit Hochvakuumfett eingefettet sein!

Eine Schichtstärke des Produktes von 1 - 2 cm sollte nicht überschritten werden, da sonst die Trocknungsdauer ungünstig beeinflusst wird.

2.4. Haupttrocknen

Die Vakuumpumpe wird zugeschaltet.

Bemerkung: Bei z.B. lösungsmittelhaltigem Ausgangsgut oder einem Gut mit hoher Salzkonzentration kann ein Auftauen während des Trocknungsprozesses möglich sein (deutlich zu beobachtendes Aufschäumen). In diesem Fall ist es erforderlich, das Gut möglichst tief einzufrieren, z. B. in Flüssig-Stickstoff.

Achtung: Ausgangsgut mit z. B. hoher Lösungsmittel-konzentration oder säurehaltiges Gut können nicht ohne besondere Schutzmaßnahmen und apparative Vorkehrungen, wie z. B. zusätzliche LN_2 Kühlfalle zum Schutz der Vakuumpumpe getrocknet werden (ggf. Rückfrage im Werk). Alternativ können chemiebeständige Vakuum-Hybridpumpen (z. B. RC-5) eingesetzt werden.

Besondere Vorsicht ist bei der Handhabung mit Aziden geboten, da sich in Verbindung mit Kupfer oder Buntmetallen ein gefährlicher Sprengstoff bildet! Eine Rückfrage im Werk ist unbedingt erforderlich!

Sobald die Sublimation des Wasserdampfes aus dem gefrorenen Gut einsetzt, wird dem Gut Wärme entzogen und damit weiter abgekühlt.

Zu Beginn der Trocknung wird die maximale Sublimations-geschwindigkeit erreicht.

In Abhängigkeit von der Sublimationsgeschwindigkeit steigt die Eiskondensatortemperatur und damit der Druck in der Trocknungs- bzw. Eiskondensatorkammer.

Die Dauer der Haupttrocknung hängt im Wesentlichen ab von:

- der Schichtstärke des Ausgangsgutes,
- dem Feststoffgehalt des Ausgangsgutes,
- der Wärme, die dem Gut während der Trocknung zugeführt wird,
- dem Druck, der während der Trocknung in der Trocknungskammer herrscht.

Mit steigendem Druck (nicht Vakuum!) erhöht sich die Sublimationsgeschwindigkeit und die Trocknungszeit wird verkürzt.

Der während der Haupttrocknung anfallende Wasserdampf wird nicht von der Vakuumpumpe abgesaugt, sondern vom Eiskondensator aufgenommen.

Aufgabe der Vakuumpumpe ist es, den Partialdruck der unkondensierbaren Gase zu senken, so dass der Wasserdampftransport vom Produkt zum Eiskondensator stattfinden kann.

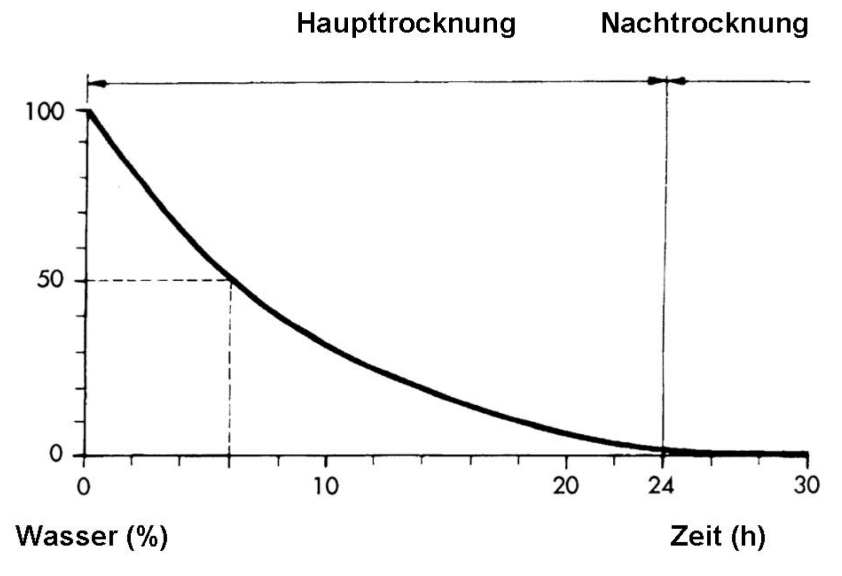
Während der Haupttrocknung wird die Feuchte durch Sublimation, während der Nachtrocknung die gebundene Feuchte durch Desorption entfernt.

Der Restfeuchtegehalt des Trocknungsgutes ist im Wesentlichen abhängig:

- von der Temperatur des Trocknungsgutes während der Nachtrocknung,
- von dem Endvakuum, welches während der Nachtrocknung erzielt wird.

Das Ende der Haupttrocknungsphase ist erreicht, wenn Produkttemperatur und Stellflächentemperatur annähernd gleich sind. (Temperaturdifferenz zwischen Stellfläche und Produkt ca. 3K bis 5K) Soll auch das adsorptiv gebundene Wasser aus dem Produkt entfernt werden, kann zur Nachtrocknungsphase übergegangen werden.

Der Trocknungsverlauf von einer Substanz mit einem Feststoffgehalt von ca. 10% ist in dem nachfolgenden Bild dargestellt. Im ersten Viertel der Haupttrocknung fallen bereits 50% Wasser an, im nächsten Viertel erneut 50% des verbleibenden Wassergehalts usw., bis sich die Trocknungskurve asymptotisch der Zeitachse nähert. Dieser typische Trocknungsverlauf ergibt sich dadurch, dass sich die Sublimationsebene in das Produkt zurückzieht und der anfallende Wasserdampf durch die bereits getrockneten Schichten geführt wird. Mit zunehmender Trocknung wird der innere Widerstand größer, der Trocknungsverlauf wird im Wesentlichen durch die Sublimationswärme und die Wasserdampftransportgeschwindigkeit bestimmt. Um das spez. Wärmeleitvermögen des zu trocknenden Materials zu erhöhen und möglichst kleine Dampfvolumina zu schaffen, soll so nah wie möglich am Erstarrungspunkt (eutektischen Punkt) getrocknet werden.



Die benötigte Trocknungszeit ist sehr stark vom Trocknungsvakuum abhängig. Je weiter das Vakuum dem Erstarrungspunkt gemäß Dampfdruckkurve über Eis angenähert wird, desto kürzer ist die Trocknungszeit.

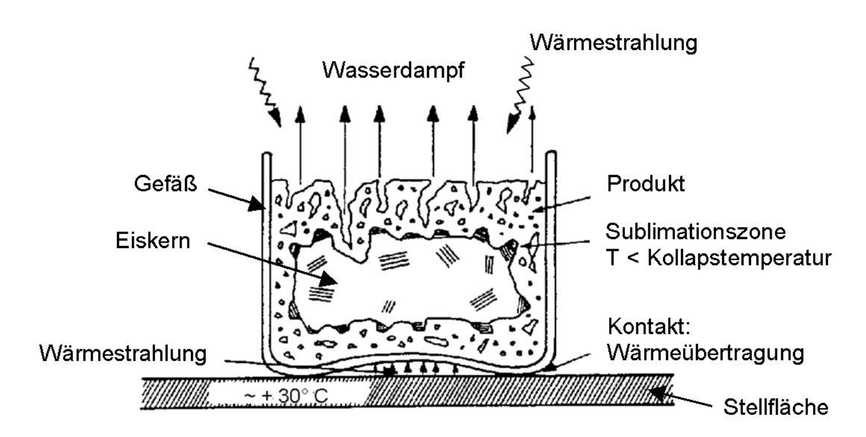
Interessante Zusammenhänge :

1,0	Gramm Eis nimmt bei		
1,0	mbar ein Volumen von	1	m³ Dampf
0,1	mbar ein Volumen von	10	m³ Dampf
0,01	mbar ein Volumen von	100	m³ Dampf ein

Energiezufuhr beim Trocknen

Die zur Sublimation erforderliche Energie wird dem Produkt über unmittelbare Wärmeleitung im Trocknungsraum, Gasströmung oder Strahlung zugeführt. In den gängigen Gefriertrocknungs-anlagen stehen Wärmeleitung und Gasströmung im Vordergrund. Die Zusammenhänge sind im folgenden Bild dargestellt.

Wirkungsweise der Gefriertrocknung in einer Produktschale



Die Wärmeleitung erfolgt von den beheizten Stellflächen über direkten Kontakt mit dem Gefäßboden und / oder über Wärmestrahlung zwischen Stellfläche und Gefäß bzw. Produkt.

Zu Beginn der Sublimation ist die Übertragung von der Gefäßwand auf das gefrorene Produkt recht wirksam. Allerdings wird sich bald eine Zone eisfreien, porösen Trockengutes bilden, die einen entsprechenden Temperaturgradienten von der Gefäßwand in das Produkt aufweist. Die schlechte Wärmeleitung des bereits getrockneten Produkts kann zu einem Anstieg der Temperatur des Eiskerns führen. Steigt die Kerntemperatur über die Erstarrungstemperatur, taut das Produkt an, dies gilt insbesondere für inhomogene Produkte und bei großen Schichtdicken. In dieser Phase der Trocknung ist auf eine dosierte Energiezufuhr und eine exakte Temperatur- und Drucküberwachung zu achten.

2.5. Nachtrocknen

Der Enddruck, welcher sich in der Trocknungskammer einstellt, ist von der Eiskondensatortemperatur entsprechend der Dampfdruckkurve über Eis abhängig:

z. B. 1,030 mbar entspricht -20°C

0,370 mbar entspricht -30°C

0,120 mbar entspricht -40°C

0,040 mbar entspricht -50°C

0,011 mbar entspricht -60°C

Wird eine Eiskondensatortemperatur von tiefer als -50°C und ein Druck von kleiner als 0,120 mbar erreicht, ist die Anlage funktionstüchtig.

Diese Differenz bei leerer, nicht mit Produkt befüllter Anlage ist im Wesentlichen dadurch bedingt, dass der Enddruck, welcher sich im System einstellt, von der wärmsten mit Eis beaufschlagten Stelle des Eiskondensators bestimmt wird. Des Weiteren wird diese Differenz auch durch Rückstände oder Anteile von Lösungsmitteln im Produkt mit einem höheren Dampfdruck beeinflusst.

2.6. Trocknungsende und Belüften

Eine grobe Aussage über das Trocknungsende lässt sich anhand des Vakuums und der Eiskondensatortemperatur machen. Der Eiskondensator wird nicht mehr belastet und erreicht die Endtemperatur von ca. -55°C bzw. -85°C. Der Druck in der Trocknungskammer sinkt entsprechend der Eiskondensatortemperatur.

Die Vakuumpumpe wird abgeschaltet und die Trocknungskammer über ein Gummiventil oder das Belüftungsventil auf der linken Anlagenseite belüftet. Es ist möglich die Anlage über das Belüftungsventil statt mit Luft, mit Stickstoff oder einem anderen Inertgas zu "belüften".

ACHTUNG! Max. 0,2 bar Überdruck!

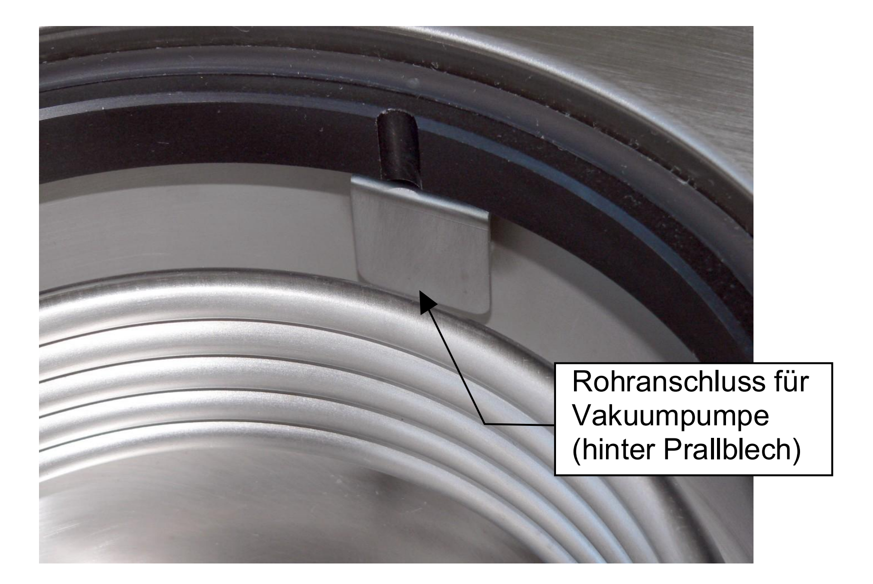
Anschließend wird die Anlage abgeschaltet und das Produkt wird entnommen.

2.7. Abtauen

Ist die Gefriertrocknungsanlage nicht mit einer Abtauvorrichtung ausgestattet, erfolgt das Abtauen des Eiskondensators bei Raumtemperatur oder mit warmem Wasser. Die Eiskondensatorkammer darf max. bis zur Hälfte mit Wasser gefüllt werden.

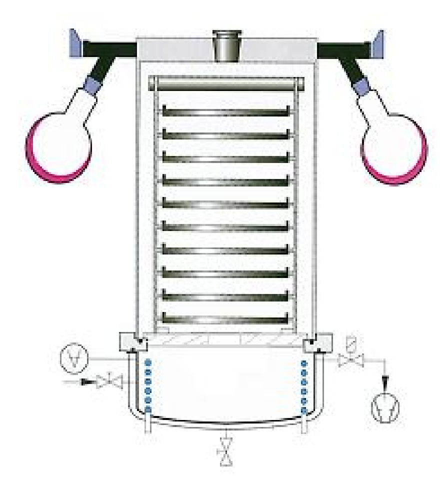
Beim Abtauen des Eiskondensators mit (warmem) Wasser ist unbedingt darauf zu achten, dass kein Wasser in den Rohranschluss für die Vakuumpumpe und Vakuummesssonde gelangt (siehe Bild)!

Über das Ablassventil an der linken Seite der Anlage wird das Kondensat und Abtauwasser abgelassen. Dazu wird ein Schlauch auf die Schlauchtülle gezogen. Das Kondensat und Abtauwasser wird in einem Behälter aufgefangen.



3. Beschreibung der Gefriertrocknungsverfahren

3.1. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) auf Stellflächen



Zunächst werden eventuelle Wasserrückstände aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Das Plattengestell wird auf die Bodenplatte gesetzt. Bei kleineren Proben ist es zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Bei separatem Gefrieren und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer wird direkt mit der Haupttrocknung begonnen. Sobald die Stellflächen mit den vorgefrorenen Proben eingesetzt sind, wird die Anlage mit der Trocknungskammer verschlossen und der Prozess gestartet. Dazu muss in der Anlagensteuerung die Prozessphase Haupttrocknung aktiviert werden, so dass das Drucksteuerventil öffnet und die Haupttrocknung beginnt (siehe Kapitel 5.6).

3.2. Gefrieren separat und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (Verfahren B) mit Verschlussvorrichtung

Eventuelle Wasserrückstände werden aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Das Plattengestell wird auf die Bodenplatte gesetzt. Bei kleineren Proben ist es zweckmäßig, die Stellflächen mit vorzukühlen, um ein partielles Antauen während der Evakuierung zu vermeiden.

Mit der Verschlussvorrichtung können, je nach verwendeter Ausführung, auf 1 bis max. 2 Stellflächen Injektionsflaschen unter Vakuum oder Inertgas mit gerillten Gummistopfen verschlossen werden. Dazu werden die Stellflächen über einen Spindeltrieb mit einer Druckplatte zusammengefahren.

Die Höhe der Druckplatte muss entsprechend der Höhe der Flaschen eingestellt werden. Dazu wird der Gewindestift für die Höhenverstellung entfernt. Die Gewindestange wird so weit in die untere Stellfläche geschraubt, bis der geschlitzte Kopf der Gewindestange eine Höhe mit dem Gestell bildet (jeweils Oberkante).

Die Druckplatte wird nun mit dem Gewindestift so befestigt, dass sie möglichst auf dem Gummistopfen oder kurz darüber liegt. Bei Verwendung von zwei oder mehr Stellflächen wird jede weitere Stellfläche ebenso wie die Druckplatte direkt oder mit geringem Abstand auf die Gummistopfen gesetzt.

Anstelle des Stopfens wird die vakuumdichte Drehdurchführung in den Innenschliff der Trocknungskammer gesetzt. Der Schliff der Drehdurchführung wird vor dem Einsetzen mit Vakuumfett eingefettet.

Nach beendeter Trocknung wird der Hebel der Drehdurchführung nach rechts gedreht, bis ein Widerstand zu verspüren ist.

Zum Verschließen der Flaschen müssen die Stellflächen voll beschickt werden. Bei kleineren Mengen müssen pro Stellfläche mindestens 3 Distanzstücke (entsprechend der Flaschenhöhe mit eingedrücktem Gummistopfen) gleichmäßig verteilt werden.

Entsprechende Distanzstücke fertigen wir auf Anfrage.

3.3. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Kolben (Verfahren B)

Eventuelle Wasserrückstände werden aus der Eiskondensatorkammer entfernt. Dazu wird das Ablassventil geöffnet, so dass die Wasserrückstände abfließen können. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Für die Trocknung außerhalb der Eiskondensatorkammer stehen diverse Trockenrechen und aufsetzbare Trocknungskammern mit der Anschlussmöglichkeit von Gummiventilen zur Verfügung (siehe Zubehörkatalog). Die Trocknungskammer mit Anschlüssen für Gummiventile wird direkt auf den Dichtring in der Grundplatte aufgesetzt. Trockenrechen mit Normschliff NS 45/40 werden über den Innenschliff des Acrylglasdeckels angeschlossen.

Um einen vakuumdichten Anschluss zu gewährleisten und das Entfernen der entsprechenden Zubehörteile zu erleichtern, müssen die Schliffkerne vor dem Einsetzen mit Vakuumfett dünn eingefettet werden. Das Zubehörteil wird dann leicht aufgesetzt und um 360° gedreht. Damit wird das Fett gleichmäßig verteilt.

Vor jedem weiteren Einsetzen sind die Schliffe zu reinigen und einzufetten.

Bevor mit der Trocknung begonnen wird, ist zu überprüfen, ob sämtliche Ventile geschlossen sind.

In der Anlagensteuerung muss die Prozessphase Haupttrocknung aktiviert werden, so dass das Drucksteuerventil öffnet und die Haupttrocknung beginnt.

Achtung: Erst nachdem ein Druck von 1,030 mbar unterschritten ist, können die eingefrorenen Proben an die Ventile angeschlossen werden.

Flüssigkeiten werden in Kolben nach dem Shell-Freezing-Prinzip, von Hand oder mit einer Drehvorrichtung eingefroren. Durch diese Einfrierverfahren wird die Schichtstärke reduziert und damit die Trocknungszeit wesentlich verkürzt.

Bei den meisten zur Verfügung stehenden Rechen bzw. Ventilen ist ein kontinuierliches Anschließen und Entnehmen von Kolben während der Trocknung gestattet. Jeder Anschluss besitzt ein Absperr- und Belüftungsventil.

Sollten die Gummiventile oder Edelstahlventile schwergängig geworden sein, müssen die Ventile zerlegt, gereinigt, mit Vakuumfett leicht eingefettet und wieder zusammengebaut werden.

Es ist ebenfalls möglich pro Gummiventil ein Verteilerstück für 15 Ampullen anzuschließen.

Über das Verteilerstück können max. 15 Ampullen gleichzeitig im Kühlbad eingefroren und am Trockenrechen angeschlossen werden.

3.4. Gefrieren separat und Trocknen von Flüssigkeiten in Ampullen (Verfahren B)

Zum Vorkühlen des Eiskondensators und Warmlaufen der Vakuumpumpe werden in der Anlagensteuerung die Kältemaschine und die Vakuumpumpe aktiviert. Die Vakuumpumpe läuft bei geschlossenem Ventil warm. Bei Anlagen ohne elektromagnetisches Drucksteuerventil wird der Einsatz eines Handabsperrventils empfohlen, andernfalls muss auf ein Warmlaufen der Vakuumpumpe verzichtet werden.

Der Trockenrechen ist für den Anschluss von max. 48 Ampullen mit Blindstopfen versehen, so dass der Rechen bereits vorevakuiert werden kann.

Mit der mitgelieferten Schlauchklemme wird der erste Schlauch in der Mitte abgeklemmt und der Blindstopfen entfernt. Das Vakuum bleibt im System erhalten.

Die Flüssigkeit in der Ampulle wird entweder unter Drehung in einem Kühlbad eingefroren oder das Einfrieren erfolgt in einer Tiefkühltruhe.

Wenn ein schockartiges Einfrieren gewünscht wird, empfehlen wir, das Einfrieren in flüssigem Stickstoff oder in einem Kühlbad vorzunehmen.

Die Ampulle wird dann an den Schlauch angeschlossen und die Schlauchklemme entfernt. Damit wird der Partialdruck in der Ampulle schlagartig gesenkt, und ein partielles Antauen während des Evakuierens wird vermieden.

Nach diesem Verfahren wird eine Ampulle nach der anderen angeschlossen.

Das Abschmelzen erfolgt in gleicher Weise. Das Schlauchstück der abzuschmelzenden Ampulle wird abgeklemmt und die Ampulle unter Vakuum mit der Gebläselampe abgeschmolzen.

Sollte die betreffende Ampulle beim Abschmelzen zu Bruch gehen, so wird durch das Absperren mit der Schlauchklemme ein Aufheben des Vakuums im Trocknungsraum vermieden.

Der Rest der abgeschmolzenen Ampulle wird entfernt und das Schlauchstück mit einem Blindstopfen verschlossen.

In dieser Weise kann eine Ampulle nach der anderen abgeschmolzen werden bzw. neue Ampullen angeschlossen werden.

4. Aufstellung und Inbetriebnahme

4.1. Aufstellungsort

ACHTUNG! Es dürfen keine Papiere, Tücher oder ähnliches hinter die Anlage geschoben werden, da sonst die Luftzirkulation des Kälteanlagen-Wärmetauschers nicht mehr gegeben ist.

Die Gefriertrocknungsanlage soll in Waage aufgestellt werden. Die Umgebungstemperatur sollte min. +10°C bis max.+25°C betragen.

Die Kältemaschine der Gefriertrocknungsanlage wird luftgekühlt. Eine ausreichende Luftzirkulation muss sichergestellt sein. Die Anlage sollte möglichst frei und mindestens 30 cm von der Wand entfernt aufgestellt werden. Die Aufstellung sollte nicht in der Nähe von Heizkörpern oder Wärmequellen erfolgen, und eine direkte Sonneneinstrahlung muss vermieden werden.

Bei unzureichender Luftzirkulation und/ oder zu hoher Umgebungstemperatur steigen die Temperatur und der Druck im Kühlsystem. Dies kann beim Überschreiten des maximal zulässigen Betriebsdrucks zum Ausfall der Kälteanlage führen.

Am Aufstellungsort werden folgende Anschlüsse benötigt:

4.2. Netzanschluss

Die auf dem Typenschild angegebene Betriebsspannung muss mit der örtlichen Versorgungsspannung übereinstimmen.

CHRIST-Gefriertrocknungsanlagen sind Geräte der Schutzklasse I. Die Geräte des Typs **BETA 1-8 LDplus / BETA 2-8 LDplus** sind mit einer dreiadrigen Netzanschlussleitung mit Kaltgerätestecker ausgerüstet (siehe auch Kap. 1.3 "Technische Daten").

4.3. Sicherung bauseits

Die Gefriertrocknungsanlage ist typisch mit jeweils 16 AG abzusichern.

4.4. Schutzleiterprüfung

Zur Schutzleiterprüfung befindet sich an der Rückwand der Gefriertrocknungsanlage eine Potentialausgleichsschraube. Mit entsprechendem Messgerät kann eine Schutzleiterprüfung durchgeführt werden.

4.5. Belüftung

Über das Belüftungs- und Ablassventil unten, an der linken Seite der Anlage, wird die Eiskondensatorkammer belüftet.

Sollen z. B. Penicillinflaschen unter Stickstoffatmosphäre statt unter Vakuum verschlossen werden, kann über die Schlauchtülle des Belüftungsventils die Eiskondensatorkammer mit Stickstoff geflutet werden.

ACHTUNG! Max. 0,2bar Überdruck!

4.6. Kondensat- und Abtauwasser

Über das Belüftungs- und Ablassventil unten, an der linken Seite der Anlage, wird das Kondensat- und Abtauwasser abgelassen. Dazu wird der im Lieferumfang enthaltene Schlauch auf die Schlauchtülle aufgezogen. Das Kondensat- und Abtauwasser wird in einem Behälter aufgefangen.

Das Kondensat- und Abtauwasser kann direkt über diesen Schlauch zu einem Abfluss geleitet werden. Das Kondensat- und Abtauwasser muss freien Ablauf haben. Hierzu ist es erforderlich, dass der Schlauch mit kontinuierlichem Gefälle verlegt wird. Es muss gewährleistet sein, dass sich keine "Wassersäcke" bilden können. Das Schlauchende muss sich immer oberhalb des Flüssigkeitsspiegels im Auffanggefäß befinden. Anderenfalls besteht die Gefahr, dass beim Öffnen des Ablassventils durch einen eventuellen Unterdruck Wasser- und Schmutzrückstände in den Eiskondensatorkammer gesogen werden.

Die Belüftung der Anlage nach dem Beenden eines Gefriertrocknungsprozesses erfolgt auch über das Ablassventil.

4.7. Vakuumpumpenabgase

Der beim Betrieb der Vakuumpumpe auftretende Ölnebel wird in der Regel durch einen Auspufffilter zurückgehalten, oder er muss abgeleitet werden.

An dem Auspuffstutzen der Vakuumpumpe RZ-2 oder RC-5 kann dazu ein Schlauch ½" und an dem Auspuffstutzen der Vakuumpumpe DUO 5 oder DUO 10 ein Schlauch ¾" angeschlossen und ins Freie oder in einen Abzug geleitet werden.

Bei Verlegung der Leitung ist darauf zu achten, dass kein Kondensat aus der Leitung in die Pumpe zurücklaufen kann. Bei steigenden Leitungen ist es am sichersten, wenn ein Abscheider (Woulff'sche Flasche oder Waschflasche) in die Leitung geschaltet wird.

Wir empfehlen, grundsätzlich, einen Auspufffilter (Ölnebelabscheider) anzubringen. Der Filter verhindert die Luftverschmutzung durch Ölnebel, der von der Pumpe je nach Arbeitsdruck in mehr oder weniger großen Mengen ausgestoßen wird.

Der Filter wird an dem Auspuffstutzens der Vakuumpumpe befestigt.

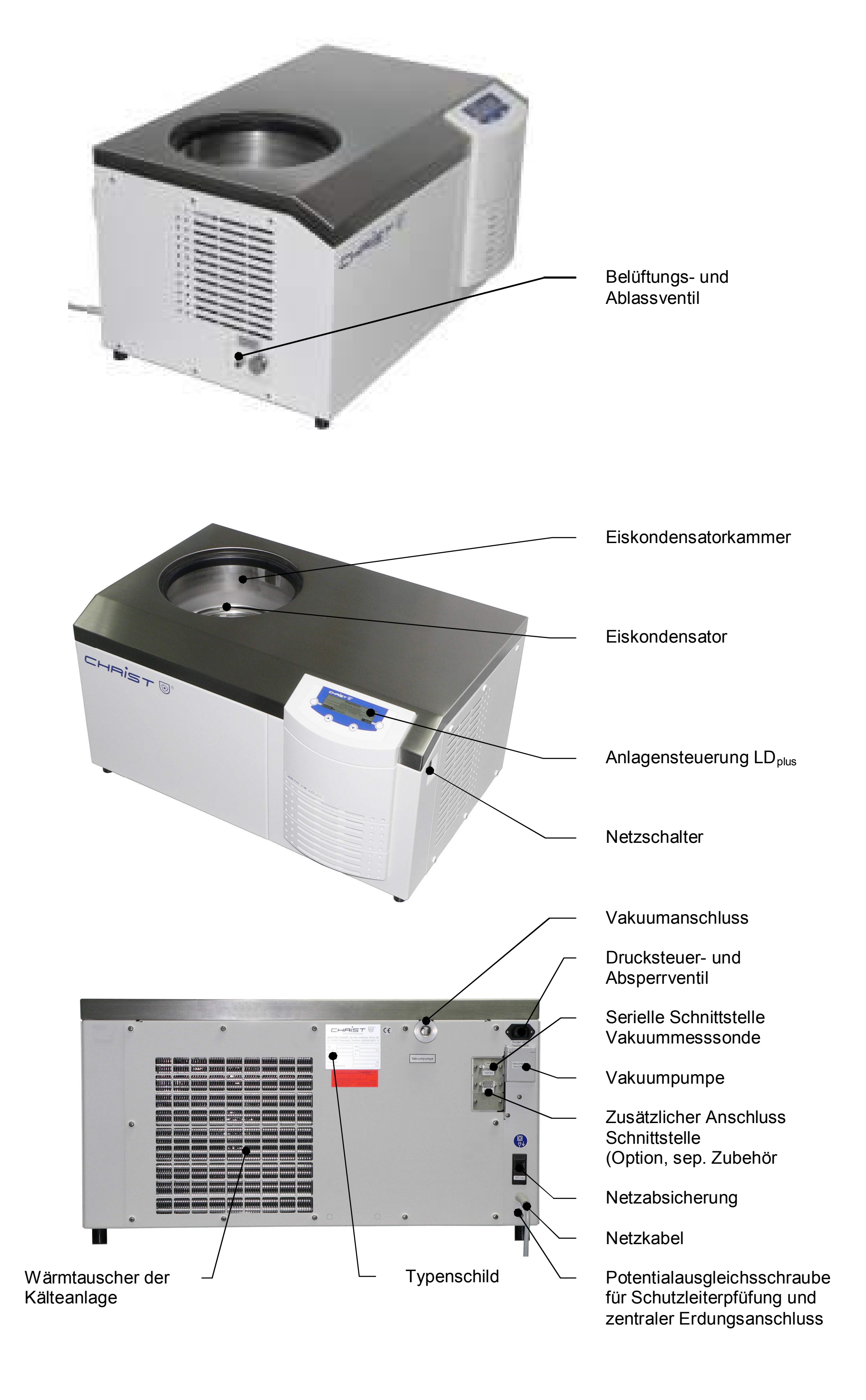
Der Filter ist mit einem Überdruckventil ausgestattet, welches die Filtersättigung anzeigt. Eine Reinigung oder ein Austausch des Filtereinsatzes ist spätestens mit dem Ansprechen des Überdruckventils vorzunehmen. Das gesammelte Öl ist im Schauglas sichtbar und wird an der Ablassschraube abgelassen.

Bitte separate Betriebsanleitung der Vakuumpumpe beachten!

4.8. Erste Inbetriebnahme

ACHTUNG! Sorgen Sie vor der ersten Inbetriebnahme dafür, dass Ihre Gefriertrocknungsanlage ordnungsgemäß aufgestellt und installiert ist (siehe Punkt 4.1 Aufstellungsort und folgende).

4.8.1. Funktions- und Bedienelemente



4.8.2. Anschluss von Vakuummesssonde Vakuumpumpe und Drucksteuerventil

Verfahrensschema

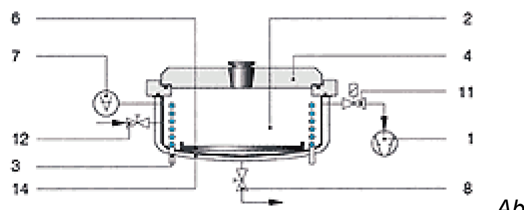


Abb. 1

Verfahren A (Einkammer-System):

Gefrieren und schonendste Trocknung von niedrig gefrierenden bzw. thermolabilen Substanzen auf gekühlter Stellfläche in der Eiskondensatorkammer (siehe Abb. 1).

Beispiele für Trocknungsgefäße:

Schalen

Injektions-Flaschen (verschließbar unter Vakuum)

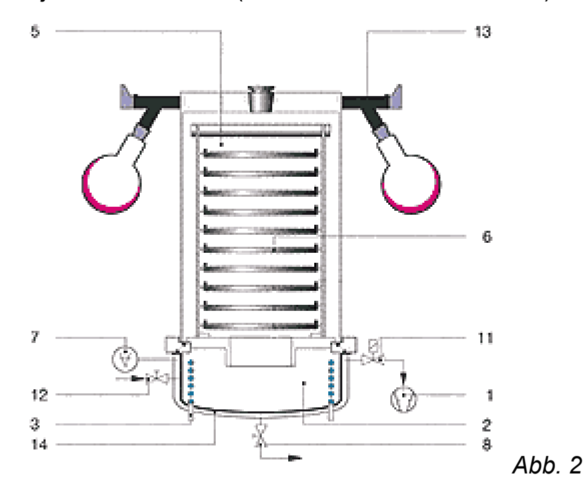


Abb. 2

Verfahren B (Zweikammer-System):

Gefrieren separat (z.B. Tiefkühltruhe) und Trocknen außerhalb der Eiskondensatorkammer (siehe Abb. 2).

Beispiele für Trocknungsgefäße:

Schalen

Injektions-Flaschen (verschließbar unter Vakuum)

Rundkolben, Weithals-Filterverschlussflaschen

Ampullen

1 Vakuumpumpe	7 Vakuummesssonde
2 Eiskondensatorkammer	8 Ablassventil
3 Eiskondensator	11 Drucksteuerventil
4 Glasdeckel	12 Belüftungsventil
5 Trocknungskammer	13 Gummiventil
6 Elektr. beheizte Stellfläche	14 Isolation

Die Zubehörkomponenten werden gemäß Verfahrensschema an die Gefriertrocknungsanlage **BETA 1-8 LDplus / BETA 2-8 LDplus** angeschlossen. Dabei sind die folgenden Hinweise zu beachten.

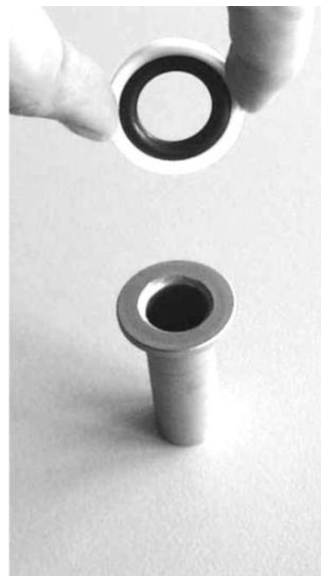
Als Verbindungselemente dienen Zentrier- und Spannringe mit Flügelschrauben (Kleinflansch-Verbindung nach ISO 28403 bzw. DIN 2861, siehe nachfolgende Hinweise).

Hinweise zur Verbindung mit Zentrier- und Spannringen:

Oftmals sind nicht korrekt sitzende Kleinflanschverbindungen zwischen Aggregaten und Schlauchverbindungen die Ursache für gravierende Vakuumprobleme.

Bitte lösen sie die Verbindung und setzen sie den Zentrierring (mit innenliegendem Dichtring) erneut zentrisch zwischen die zu verbindenden Flanschanschlüsse. Schließen sie dann die Verbindung mit dem Spannring durch Festziehen der Flügelmutter.

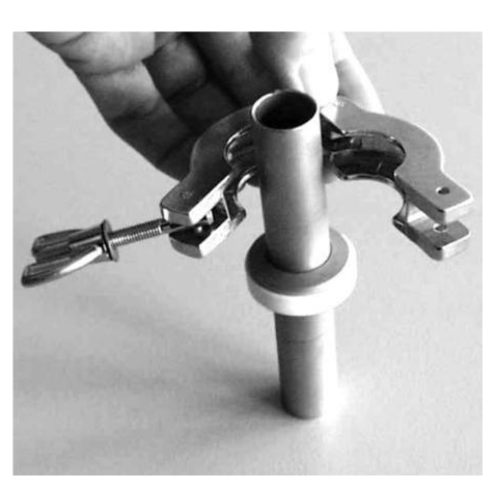
Bitte achten sie darauf, dass dabei der Zentrierring nicht verrutscht bzw. verkantet.



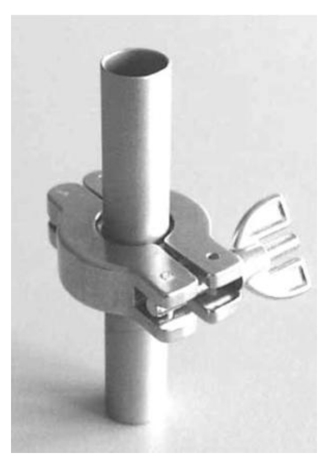
Kleinflansch und Zentrierring



Kleinflansch und Zentrierring mit Kleinflansch



Ansetzen des Spannrings



Festziehen des Spannrings

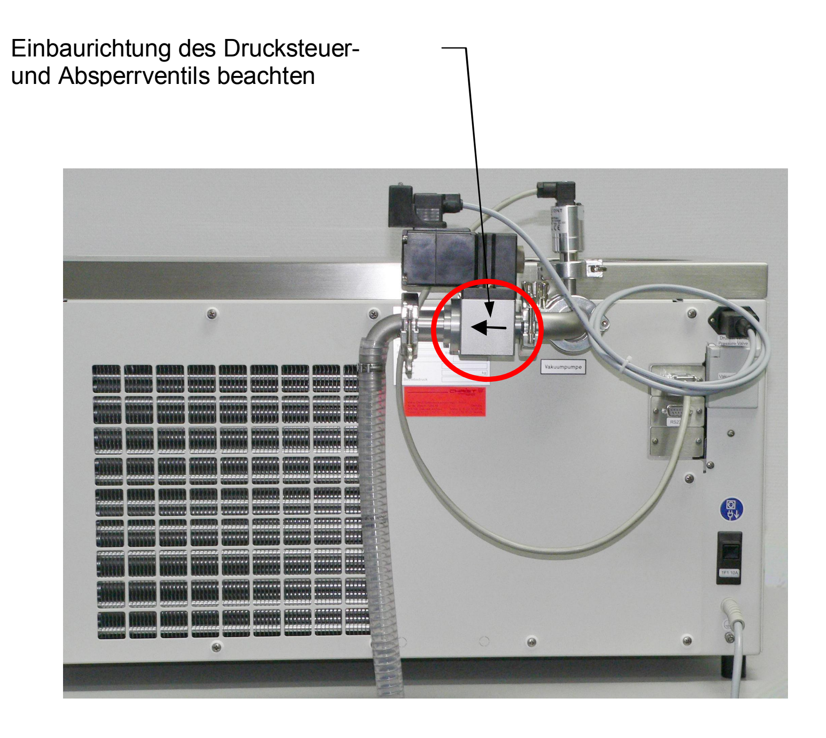
Installation Vakuummesssonde VSP62/63

Die Vakuummesssonde wird in senkrechter Lage nach oben an den Vakuumanschluss an der Rückseite der Anlage mittels Zentrier- und Spannring angeschlossen. Die Anschlussleitung der Sonde ist mit der vorgesehenen Anschlussbuchse an der Rückseite der Anlage zu verbinden.

Nach Einschalten benötigt die Vakuummesssonde einige Minuten um die Betriebstemperatur zu erreichen.

Installation Drucksteuerventil

Ist ein Drucksteuerventil vorhanden, so wird dieses zwischen Gefriertrocknungsanlage und Vakuumpumpe mit eingebaut und in der Kaltgerätesteckdose in der Anlagenrückwand eingesteckt.



Installation Vakuumpumpe

Die Vakuumpumpe wird mit der Anlage verbunden und an die Steckdose in der Anlagenrückwand angeschlossen.

Die Vakuumabgase sollten gefiltert oder abgeleitet werden.

Das Belüftungsventil und das Ablassventil an der linken Seite der Anlage werden geschlossen.

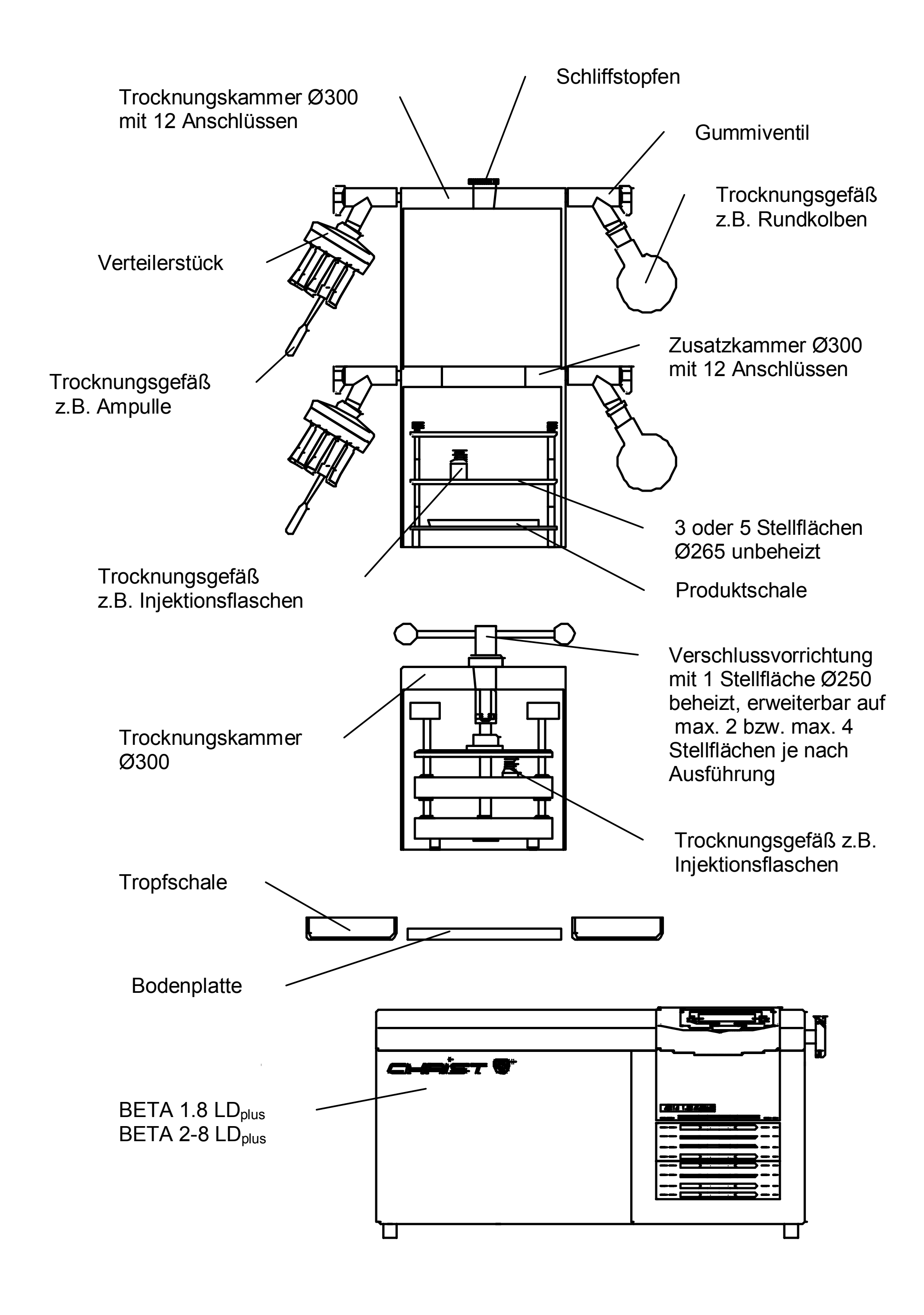
Auf die Eiskondensatorkammer wird die Trocknungskammer oder ein Deckel aufgesetzt.

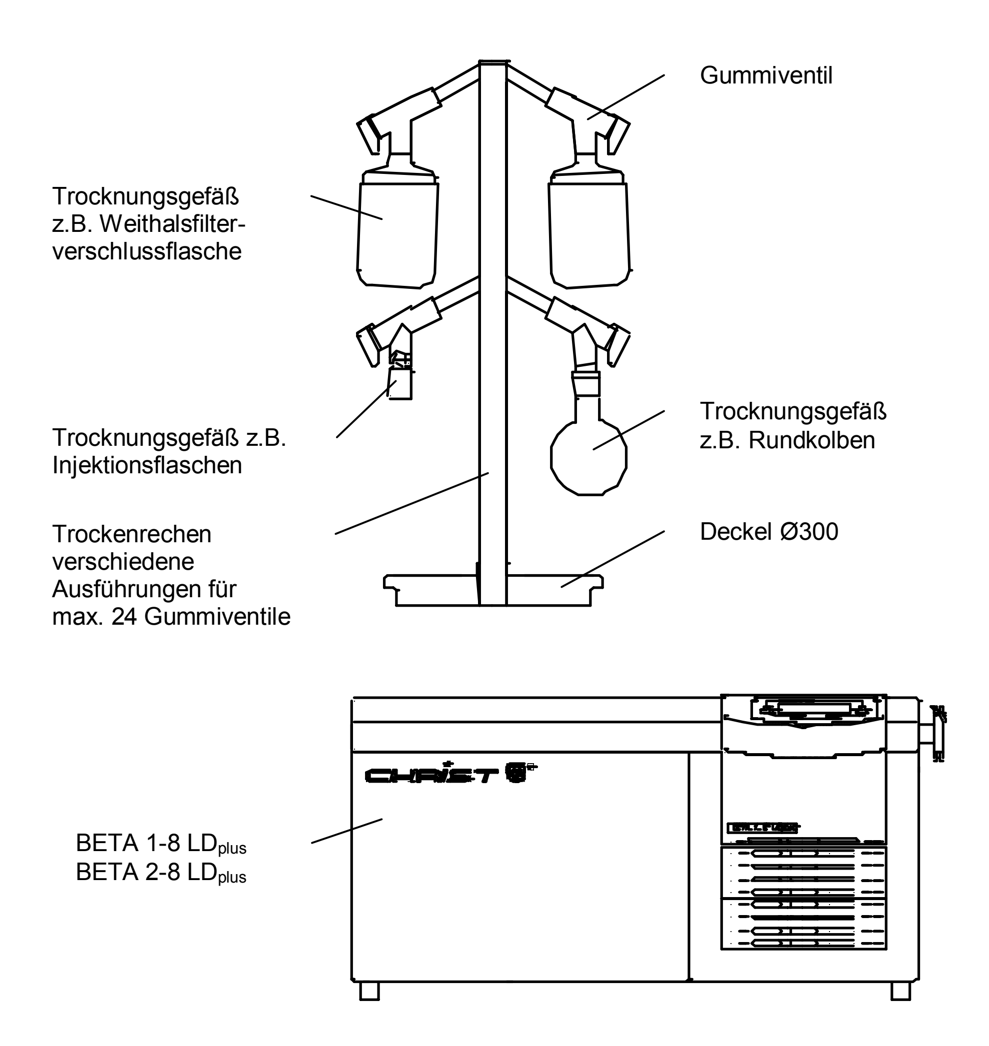
Die evtl. vorhandenen Gummiventile an der Trocknungskammer werden geschlossen.

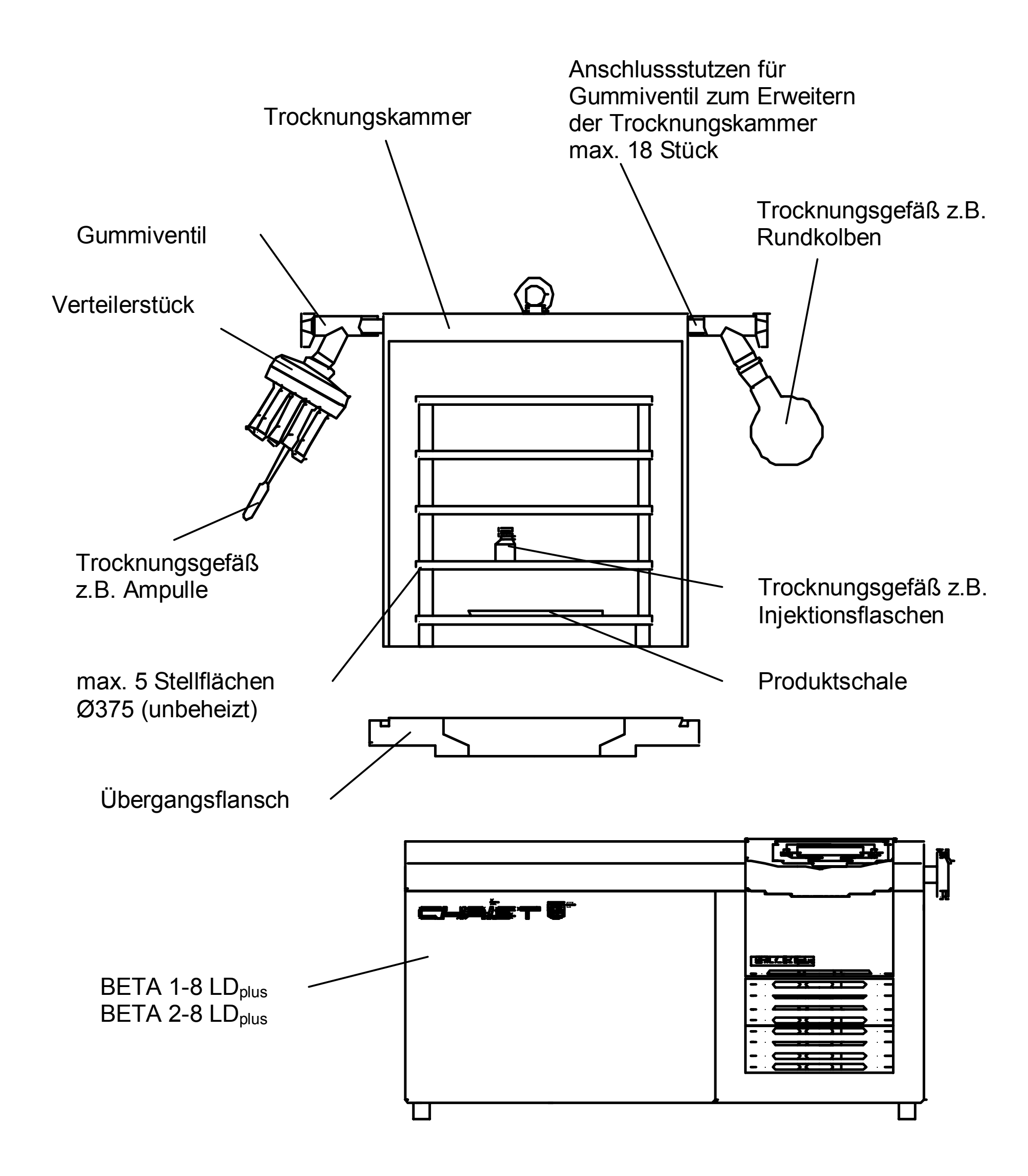
Das weitere Zubehör (z. B. Stellflächen, Anschlüsse für Rundkolben) wird entsprechend dem Lieferumfang komplettiert.

4.8.3. Prinzip-Darstellung der Zubehörelemente

Das weitere Zubehör (z. B. Trocknungskammer, Stellflächen, Anschlüsse für Rundkolben) wird entsprechend dem Lieferumfang komplettiert.




Gummiventil
Trocknungsgefäß
z.B. Weithalsfilter-
verschlussflasche
Trocknungsgefäß z.B.
Injektionsflaschen
Trocknungsgefäß
z.B. Rundkolben
Trockenrechen
verschiedene
Ausführungen für
max. 24 Gummiventile
Deckel Ø300
BETA 1-8 LDplus
BETA 2-8 LDplus


Trocknungskammer
Anschlussstutzen für
Gummiventil zum Erweitern
der Trocknungskammer
max. 18 Stück
Trocknungsgefäß z.B.
Rundkolben
Gummiventil
Verteilerstück
Trocknungsgefäß
z.B. Ampulle
Trocknungsgefäß z.B.
Injektionsflaschen
max. 5 Stellflächen
Ø375 (unbeheizt)
Produktschale
Übergangsflansch
BETA 1-8 LDplus
BETA 2-8 LDplus

4.8.4. Gummiventile

Mit den Gummiventilen (Best.-Nr. 121860) können Rundkolben, Weithalsfilterverschlussflaschen oder Verteilerstücke für Ampullen and einen Trockenrechen oder eine Trocknungskammer angeschlossen werden. Je nach Anschluss des Zubehörteils kann der blaue Stopfen entfernt werden.

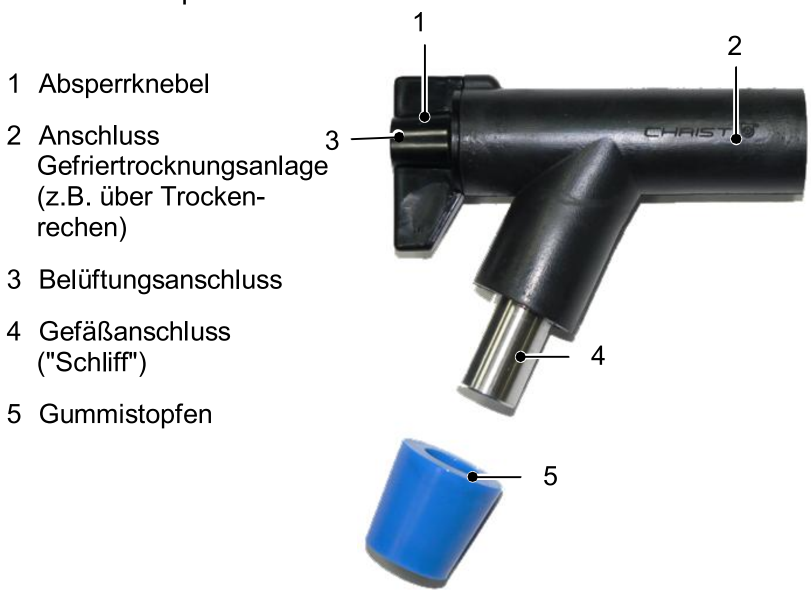
1 Absperrknebel

2 Anschluss Gefriertrocknungsanlage (z.B. über Trocken-rechen)

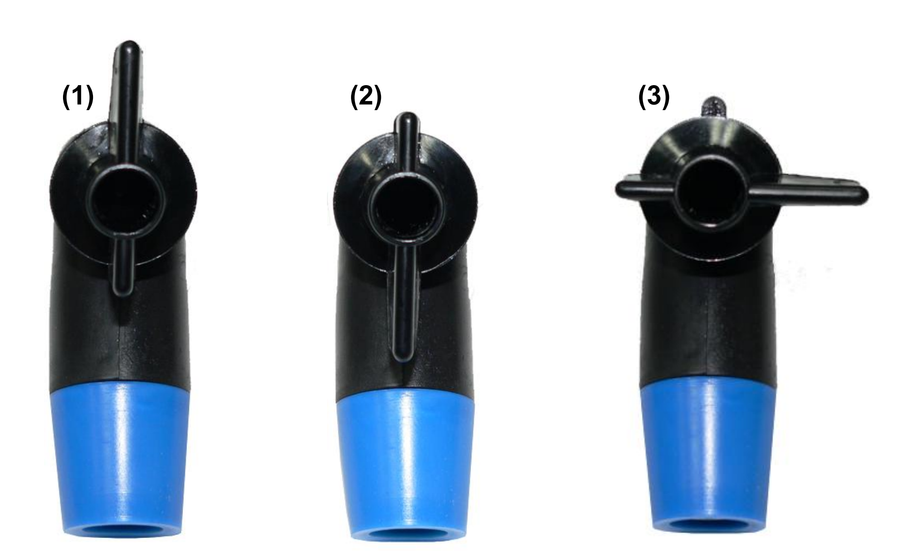
3 Belüftungsanschluss

4 Gefäßanschluss ("Schliff")

5 Gummistopfen



HINWEIS! Die Gummiventile werden ungefettet ausgeliefert. Vor der ersten Inbetriebnahme müssen sie daher am Anschluss zur Gefriertrocknungsanlage und am Gefäßanschluss mit Vakuumfett dünn gefettet werden, um eine problemlose Handhabung zu gewährleisten.



In Position (1) ist der Belüftungsanschluss geöffnet und der Gefäßanschluss geschlossen. Das Zubehör wird belüftet, während das Vakuum in der Trocknungskammer erhalten bleibt. So ist ein Wechsel von Gefäßen ohne Unterbrechung des Trocknungs-prozesses möglich.

In Position (2) ist der Belüftungsanschluss geschlossen und der Gefäßanschluss geöffnet. Das angeschlossene Zubehör ist mit der Gefriertrocknungsanlage verbunden.

In Position (3) sind sowohl Belüftungsanschluss als auch Gefäßanschluss geschlossen.

4.8.5. Einschalten

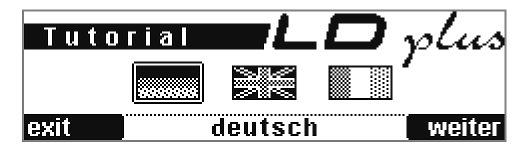
Betätigen Sie den Netzschalter an der rechten Seite der Anlage.

Die LD_{plus} Anlagensteuerung führt zunächst eine Eigenprüfung und Initialisierung durch. Diese nimmt einige Sekunden in Anspruch.



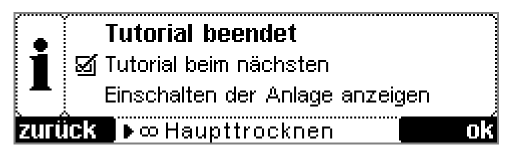
Beim ersten Einschalten (nach Werksauslieferung) der Anlage wird der Anwender durch ein Tutorial zum leichten Einstieg in die LD_{plus} Anlagensteuerung geführt.

Dazu zuerst die Sprachführung mit den Tasten Auf ⊜ bzw. Ab ⊝ wählen und mit dem Softkey `weiter` ▬○ bestätigen.



Danach wird der Anwender Schritt für Schritt durch das Tutorial geführt.

Zum Schluss erfolgt die Abfrage, ob das Tutorial beim nächsten Einschalten der Anlage wieder angezeigt werden soll.

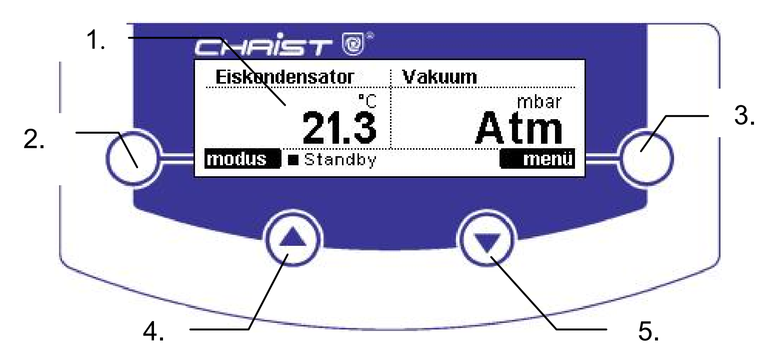


5. LDplus Anlagensteuerung

5.1. Einleitung

LDplus (**L**yo **D**isplay **Plus**) steht für eine komfortable Benutzeroberfläche zur intuitiven Steuerung von Gefriertrocknungsprozessen.

5.2. Das LDplus Bedienerpanel



1. Beleuchtetes LC Display (240x64 Pixel)
2. Linker Softkey ○▬
3. Rechter Softkey ▬○
4. Taste Auf ⦿
5. Taste Ab ⦿

5.3. Kurzübersicht – Bedienung

Die Bedienung der LDplus Anlagensteuerung erfolgt mittels vier zentral platzierten Tasten auf der Bedienfolie.

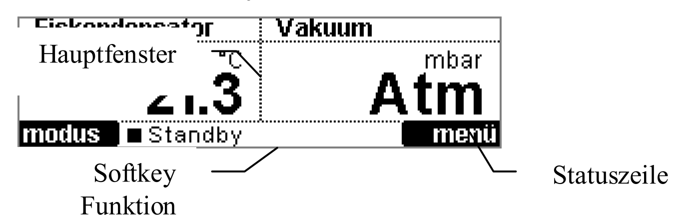
Den vier Tasten ○▬ ▬○ ▲ ▼ sind folgende Aktionen zugeordnet:

- Linker Softkey ○▬ & Rechter Softkey ▬○
  Softkeys sind Tasten, denen dynamisch Funktionen zugeordnet werden. Die momentane Tastenfunktion wird im Display neben der Taste angezeigt. Durch die Softkeys ist durchgängig eine einfache und transparente Bedienung der Anlagensteuerung möglich.
- Taste Auf ▲ & Taste Ab ▼
  Mit den Tasten Auf ▲ und Ab ▼ werden im Wertefenster die darzustellenden Soll- bzw. Istwerte ausgewählt. Taste Auf ▲ ist dem linken Wertefenster zugeordnet und Taste Ab ▼ dem rechten Wertefenster. Die verfügbaren Soll- bzw. Istwerte werden bei Tastendruck der Reihe nach durchgescrollt. Im Menü dienen die Tasten Auf ▲ und Ab ▼ zur Fokusbewegung, bei Parametereingaben zum Verändern des Wertes.

5.4. Visuelle Komponenten der LDplus Anlagensteuerung

Die Darstellung auf dem LC Display ist in die drei folgenden Bereiche gegliedert:

- Hauptfenster
- Statuszeile
- Softkey-Funktion



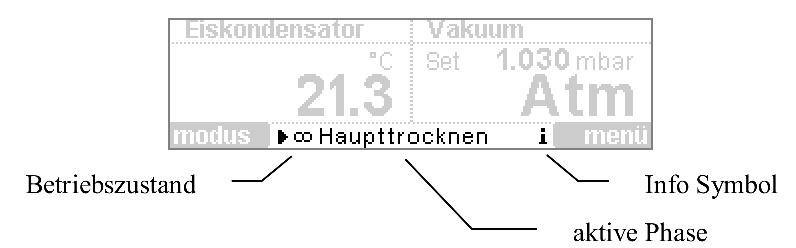
5.4.1. Hauptfenster

Im Hauptfenster werden Soll-& Istwerte, Menüs und Informationen zum Prozess angezeigt.

5.4.2. Statuszeile

Die Statuszeile informiert über den aktuellen Betriebszustand, die aktive Phase und anliegende Informationen. Die Statuszeile ist jederzeit sichtbar.

Aufbau der Statuszeile:



5.4.2.1. Betriebszustand

■ Standby
Die Gefriertrocknungsanlage befindet sich im Standby-Modus. Alle Aggregate sind ausgeschaltet.

▶∞
Die Gefriertrocknungsanlage befindet sich im Run-Modus. Zeitgeber ist deaktiviert.

▶◷
Die Gefriertrocknungsanlage befindet sich im Run-Modus. Zeitgeber ist aktiviert.

5.4.2.2. Aktive Phase

`Gefrieren`
Der Eiskondensator wird gekühlt.

`WarmUp VP`
Eiskondensator wird gekühlt und die Vakuumpumpe bei geschlossenem Drucksteuerventil zugeschaltet. Wenn kein Drucksteuerventil eingebaut ist, so muss z.B. durch ein Handventil die Trocknungskammer von der Vakuumpumpe getrennt werden.

`Haupttrocknen`
Trocknungskammer wird bei gekühltem Eiskondensator evakuiert. Das Vakuum wird bei vorhandener Vakuumregelung mit dem entsprechenden Sollwert für Haupttrocknen geregelt.

`Nachtrocknen`
Die Phase Nachtrocknen ist nur verfügbar, wenn eine Vakuumregelung vorhanden ist. Für Haupttrocknen und Nachtrocknen können unterschiedliche Regelparameter (Sollwert Vakuum, Zeitgeber) definiert werden.

5.4.2.3. Info Symbol

Das Info Symbol blinkt im Sekundentakt, wenn Informationen zum Prozess oder zur Anlage anstehen. Z.B. Störmeldungen, Prozessmeldungen oder allgemeine Informationen. Die Informationen können im Prozess- & Anlagen Info Fenster `menü -> Prozess & Anlagen Info` eingesehen werden.

5.4.3. Softkey Funktion

Softkeys sind Tasten, denen dynamisch Funktionen zugeordnet werden. Die momentane Tastenfunktion wird im Display direkt neben der Taste im schwarzen Feld angezeigt.

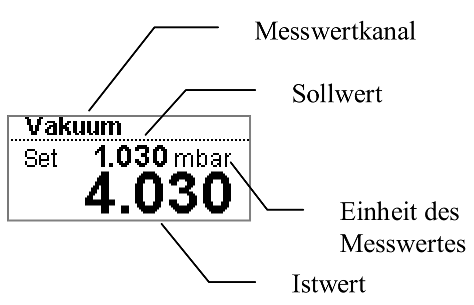


Im Bild z.B. ist dem linken Softkey die Funktion `modus` ○━ zugeordnet, dem rechten Softkey die Funktion `menü` ━○.

5.5. Wertefenster

Das Wertefenster wird nach der Initialisierung der LDplus Anlagensteuerung eingeblendet. Es ist in zwei Bereiche unterteilt, das linke Wertefenster und das rechte Wertefenster.

Das linke bzw. rechte Wertefenster ist wie folgt eingeteilt:



Mit der Taste Auf ⦿ wird der anzuzeigende Messwertkanal im linken Wertefenster gewählt. Taste Ab ⦿ wählt im rechten Wertefenster den Messwertkanal.

Es stehen die folgenden Messwertkanäle zur Verfügung:

Gesamtzeit
zählt die Zeit des gesamten Prozesslauf

Abschnittszeit
zählt die Zeit einer einzelnen Phase (Gefrieren, WarmUp Vakuumpumpe, u.s.w.)

Eiskondensatortemperatur
Temperatur des Eiskondensators

Vakuum in mbar
Vakuum in der Trocknungskammer. Dieser Messwertkanal kann nur angewählt werden, wenn eine Vakuummesssonde installiert ist.

Vakuum umgerechnet in °C
Vakuum in der Trocknungskammer in °C, umgerechnet nach der Dampfdruckkurve über Eis für Wasser (siehe Kapitel „Allgemeine Hinweise zur Gefriertrocknung"). Dieser Messwertkanal kann nur angewählt werden, wenn eine Vakuummesssonde installiert ist.

5.6. Modus

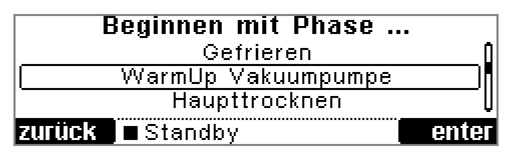
Die Moduswahl wird bei aktivem Wertefenster mit dem linken Softkey `modus` ○▬ aufgerufen. Unter der Funktion `modus` ○▬ verbergen sich die Betriebs- und Phasenwahl.

Die Gefriertrocknung definiert folgende vier Phasen:

- Gefrieren
- WarmUp Vakuumpumpe
- Haupttrocknen
- Nachtrocknen

5.6.1. Trocknungsprozess beginnen

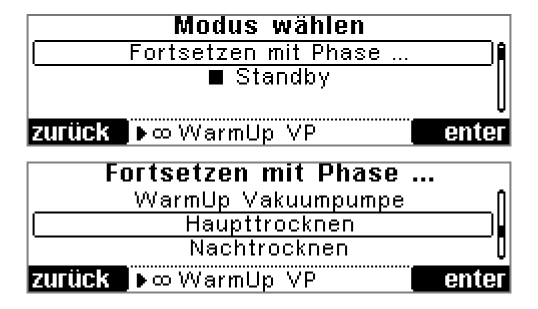
Befindet sich die Anlage im Standby, erfolgt bei Betätigung des Softkeys `modus` ○▬ die Abfrage mit welcher Phase der Gefriertrocknungsprozess beginnen soll.



Wird direkt mit Haupttrocknen oder Nachtrocknen begonnen, erfolgt zunächst eine Abfrage, ob die Vakuumpumpe vorab warmlaufen soll. Dies ist mit `ja` ▬○ oder `nein` ○▬ zu bestätigen.

5.6.2. Phase wechseln

Befindet sich die Anlage im Run-Modus, kann zur nächsten Phase gewechselt oder der Prozess mit Standby beendet werden.



5.6.3. Zeitgeber

Ist der Zeitgeber für die Phase aktiviert (Sollwert Zeitgeber >= 1 Minute), so erfolgt nach Ablauf der vorgewählten Zeit eine Abfrage, ob in die nächste Phase gewechselt werden soll.

Ist die letzte Phase aktiv, so erfolgt die Abfrage ob der Prozess weiterlaufen oder beendet (Standby) werden soll.

Soll der Zeitgeber deaktiviert werden, so ist ein Sollwert von unendlich ∞ zu wählen.

Es gibt die Option, dass nach Ablauf der vorgewählten Zeit automatisch in die nächste Phase gewechselt wird.

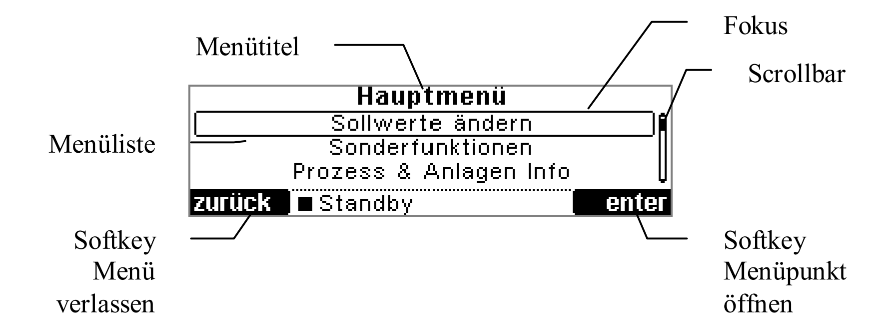


Dies gilt nur für den Phasenwechsel von:
`Gefrieren ➲ WarmUp Vakuumpumpe`
`Haupttrocknen ➲ Nachtrocknen`

Die Option wird aktiviert unter menü -> Optionen -> Einstellungen -> Automatischer Phasenwechsel.

5.7. Hauptmenü

Das Hauptmenü wird bei aktivem Wertefenster mit dem rechten Softkey `menü` aufgerufen.

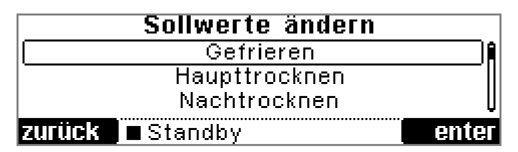


Im Folgenden werden alle Menüpunkte im Detail erläutert:

5.7.1. Sollwerte ändern

Sollwerte für die Phasen Gefrieren, Haupttrocknen und Nachtrocknen definieren.

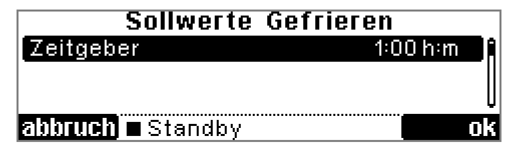
Zunächst die Phase wählen.



Sollwert mit Fokus selektieren.



Mit dem rechten Softkey `edit` den Editiermodus einleiten. Der Fokus wird invertiert dargestellt. Der Sollwert kann nun mit den Tasten Auf ⦿ und Ab ⦿ in einem zulässigen Bereich verändert werden.



Der Sollwert wird mit `ok` bestätigt oder mit `abbruch` verworfen. Der Editiermodus wird verlassen.

5.7.1.1. Sollwerte für Gefrieren

Zeitgeber
Zeit für die Abschnittzeit der Phase Gefrieren. Die Zeit ist von 1 Minute bis 200 Stunden einstellbar. Bei Sollwert unendlich ∞ ist der Zeitgeber für die Phase Gefrieren deaktiviert.

5.7.1.2. Sollwerte für Haupttrocknen & Nachtrocknen

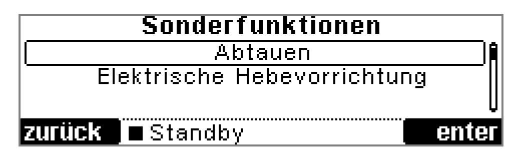
Zeitgeber
Zeit für die Abschnittzeit der Phase Haupttrocknen bzw. Nachtrocknen. Die Zeit ist von 1 Minute bis 200 Stunden einstellbar. Bei Sollwert unendlich ∞ ist der Zeitgeber für die Phase Haupttrocken bzw. Nachtrocknen deaktiviert.

Vakuum
Sollwertvorgabe für Regelvakuum in der Trocknungskammer während Haupttrocknen bzw. Nachtrocknen. Die Option Vakuumregelung muss installiert sein. Der Wertebereich ist von 6.1 mbar bis 0.0010 mbar in umgerechnet 1°C Schritten nach Dampfdruckkurve über Eis für Wasser anwählbar.

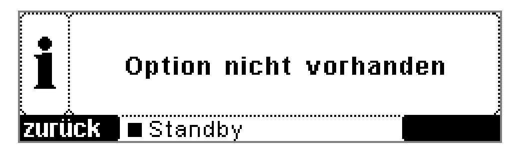
Sollwerte für Nachtrocknen sind nur verfügbar, wenn die Option Drucksteuerung installiert ist.

5.7.2. Sonderfunktionen

Unter Sonderfunktionen ist Sonderzubehör (Abtauvorrichtung und elektrische Hebevorrichtung) der Gefriertrocknungsanlage zu bedienen.



Wenn die entsprechende Option in der Gefriertrocknungsanlage nicht installiert ist, wird dies durch die Meldung `Option nicht vorhanden` signalisiert.



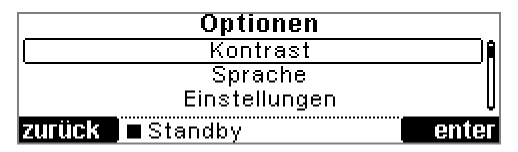
Eine detaillierte Beschreibung der Sonderfunktionen ist im Kapitel LDplus Sonderfunktionen nachzulesen.

5.7.3. Prozess- & Anlagen Info

Weitere Informationen siehe Kapitel "Prozess- und Anlagen Info".

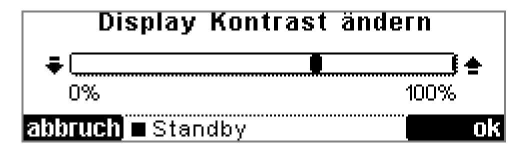
5.7.4. Optionen

Unter dem Menü `Optionen` sind die Funktionen `Kontrast`, `Sprache`, `Einstellungen` und `Service` anwählbar.



5.7.4.1. *Kontrast*

Im Menü `Kontrast` wird der Kontrast des LC-Displays verändert. Dieser ist an die örtlichen Lichtverhältnisse des Aufstellungsortes der Gefriertrocknungsanlage anzupassen.



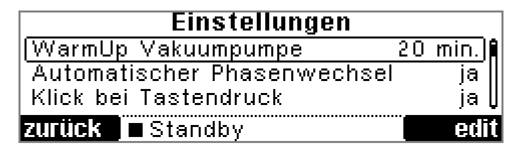
5.7.4.2. *Sprache*

Die Anlagensteuerung LDplus kann in den Sprachen Deutsch, Englisch, Französisch, Spanisch, Polnisch und Russisch bedient werden.



5.7.4.3. *Einstellungen*

Unter `Einstellungen` kann die Bedienung und Prozessführung der Anlagensteuerung individuell angepasst werden.



WarmUp Vakuumpumpe
Benötigte Warmlaufzeit der Vakuumpumpe, ggf. in der Betriebsanleitung der Vakuumpumpe nachschlagen. Es kann eine Warmlaufzeit von 5 Minuten bis 60 Minuten eingestellt werden.

Automatischer Phasenwechsel
Es wird nach Ablauf der vorgewählten Zeit (Zeitgeber aktiviert) automatisch in die nächste Phase gewechselt wird.



Dies gilt nur für den Phasenwechsel von:
`Gefrieren` ➲ `WarmUp Vakuumpumpe`
`Haupttrocknen` ➲ `Nachtrocknen`

Klick bei Tastendruck
Bei jedem Tastendruck wird ein kurzer Signalton ausgelöst.

Feine Temperaturdarstellung
Temperaturen werden mit $^{1}/_{10}$°C Auflösung im Wertefenster dargestellt, ansonsten mit 1°C Auflösung.

Abtauzeit
Eingabe der benötigten Zeit zum Abtauen des Eiskondensators.

Abtautemperatur
Eingabe der maximalen Temperatur der Kammer bzw. des Eiskondensators während des Abtauens.

5.7.4.4. Service Menü



Die Einstellungen im Service Menü sollten ausschließlich durch autorisiertes Fachpersonal geändert werden, um einen störungsfreien Betrieb der Gefriertrocknungsanlage zu gewährleisten!



LDplus Konfiguration

Konfiguration von Zubehörkomponenten (Optionen). Ist die entsprechende Option installiert, muss diese mit „ja“ aktiviert werden. Ist die entsprechende Option nicht installiert, so muss diese mit „nein“ deaktiviert werden.

Mögliche Optionen:

- Vakuummesssonde
- Vakuumregelung

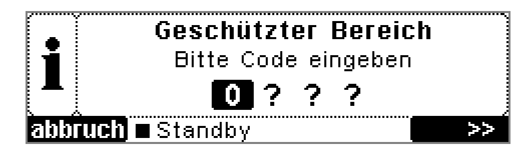
Werkseinstellungen laden

Alle Sollwerte und Parameter werden auf den Auslieferungszustand der Anlage zurückgesetzt.

Erweitertes Servicemenü

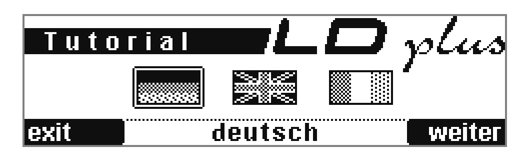
Das Erweiterte Servicemenü ist nur dem Servicetechniker vorbehalten.

Dieser Bereich ist Passwort geschützt und dem Bediener nicht zugänglich.



5.7.5. Tutorial

Startet das Tutorial zur LDplus Anlagensteuerung (nur in deutsch, englisch und französisch verfügbar).



5.8. Prozess- & Anlagen Info



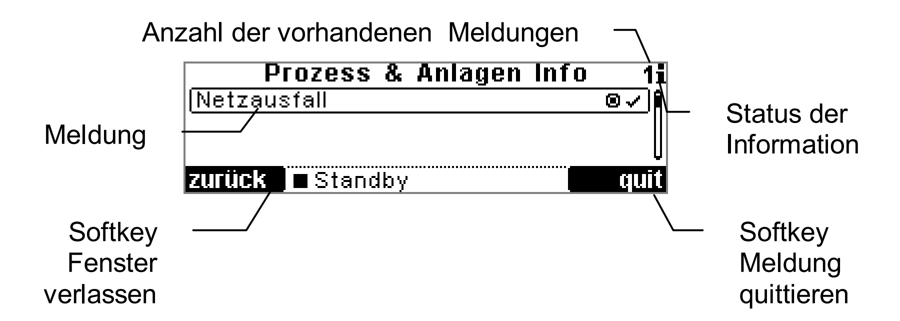
Fehlermeldungen sind im Kapitel „Hinweise bei Betriebsstörungen“ im Detail aufgelistet.

Das Prozess- & Anlagen Info Fenster wird aufgerufen, sobald eine neue Information von der LDplus Anlagensteuerung generiert wird. Des Weiteren kann im Hauptmenü unter `menü -> Prozess & Anlagen Info` nachgesehen werden, ob Meldungen anliegen.

Sind keine Informationen vorhanden, so wird das folgende Fenster eingeblendet.



Tritt eine Meldung auf, so ertönt ein Signalton, das Info Symbol **i** in der Statuszeile wird sichtbar und das Prozess & Anlagen Info Fenster wird aufgerufen. Befindet sich der Anwender in einem Menü, so wird das Prozess & Anlagen Info Fenster erst aufgerufen wenn das Hauptmenü verlassen wird.



5.8.1. Status der Information

Jede Information die im Prozess & Anlagen Info Fenster eingeblendet wird, erhält einen Status.

⊠ ⊖ Information vorhanden, nicht quittiert

⊠ ✓ Information vorhanden, quittiert

⊖ ⊖ Information nicht mehr vorhanden, nicht quittiert

Sobald eine Information nicht mehr vorhanden und quittiert ist, wird die Information aus dem Prozess & Anlagen Info Fenster entfernt.

Der Signalton ertönt solange, bis alle Informationen quittiert wurden.

Um das Prozess & Anlagen Info Fenster zu verlassen müssen ebenfalls alle Informationen quittiert werden, erst dann ist der Softkey `zurück` O▬ sichtbar.

5.9. LDplus Sonderfunktionen

5.9.1. Eiskondensator Abtauen

Die Gefriertrocknungsanlage kann je nach Ausstattungsvariante mit einer Abtauvorrichtung ausgestattet sein. Beim Abtauen mit einer Abtauvorrichtung wird der Eiskondensatorkammer Wärme zugeführt, die das angelagerte Eis vom Eiskondensator abtaut.

- Unter `Menü -> Optionen -> Einstellungen -> Abtauzeit` die benötigte Zeit zum Abtauen einstellen
- Unter `Menü -> Optionen -> Einstellungen -> Abtautemperatur` die maximale Temperatur der Kammer bzw. des Eiskondensators während des Abtauvorgangs eingeben.
- Das Menü Menü -> Sonderfunktionen -> Eiskondensator Abtauen öffnen.



Um den Eiskondensator abzutauen, muss die Anlage im Standby-Modus und vollständig belüftet sein. Das Abtauen sollte ohne Deckel auf der Kammer erfolgen, um eine Abschaltung wegen Überhitzung zu verhindern.

Mit dem rechten Softkey `start` wird der Abtauvorgang begonnen. Das folgende Fenster erscheint. Es wird der Fortschritt des Abtauvorgangs angezeigt.

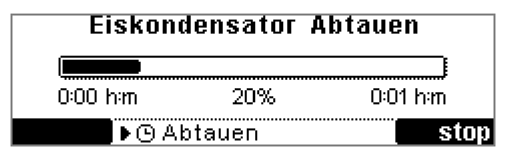


Abbildung variiert je nach Ausstattungsvariante

Ist die Abtauzeit abgelaufen, wird der Abtauvorgang beendet und das Fenster geschlossen.

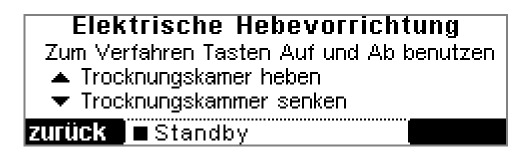
5.9.2. Elektrische Hebevorrichtung (optional)

Zum Verfahren der Trocknungskammer mit der Elektrischen Hebevorrichtung ist das Menü `menü -> Sonderfunktionen -> Elektrische Hebevorrichtung` zu öffnen.



Um die Trocknungskammer zu verfahren, muss die Anlage vollständig belüftet sein. Während Haupttrocknen bzw. Nachtrocknen ist ein Verfahren der Trocknungskammer nicht möglich.

Die Tasten Auf ⦿ und Ab ⦿ werden zum Verfahren der Trocknungskammer benutzt.



6. Hinweise bei Betriebsstörungen

6.1. Stromausfall

Die Anlagensteuerung setzt den Prozess nach einem Stromausfall fort. Die vorgewählten Bedingungen bleiben auch beim Prozessablauf gespeichert. Die Prozesszeiten, Gesamtzeit und Abschnittszeit, werden zurückgesetzt.

Durch Stromausfall während der Trocknung kann unter Umständen die eingesetzte Charge unbrauchbar werden. Ob die Charge gerettet werden kann, hängt davon ab, in welcher Trocknungsphase sich das Produkt zur Zeit des Stromausfalls befindet.

Wir unterscheiden zunächst Haupt- und Nachtrocknung:

In der Nachtrocknung befindet sich das Gut, wenn der Restwassergehalt etwa 5 % erreicht hat. Unterhalb dieses Wertes wird das Produkt bei längerem Stromausfall allgemein nicht mehr geschädigt.

Befindet sich das Gut in der Haupttrocknung, so empfehlen wir, die Anlage zu belüften, das Gut zu entnehmen und in eine Kühltruhe umzusetzen. Vor der weiteren Inbetriebnahme muss das angetaute Kondensat abgelassen werden.

6.2. Kein ausreichendes Vakuum

Besondere Aufmerksamkeit ist den Hochvakuumventilen zu widmen. Das Ablassventil, das Mikrobelüftungsventil sowie die Gummiventile sind zu überprüfen.

Wir empfehlen nach Ziehen des Netzsteckers, die linke Seitenverkleidung der Anlage zu entfernen und dann den Schlauch im inneren des Gerätes von dem Ablassventil abzuziehen, das Schlauchende mit einem Gummistopfen zu verschließen und die Anlage evakuieren. Erreicht die Anlage nun den nötigen Betriebsdruck, so liegt eine Undichtigkeit im Ventil vor. Dies ist auf Festsetzen von Trocknungsrückständen oder Wollteilchen der Putztücher oder Verschleiß der O-Ringe des Ventils zurückzuführen.

Um dieses zu beseitigen, empfehlen wir, die Anlage zu evakuieren und über das Ablassventil zu belüften, so dass sich evtl. festgesetzte Teilchen lösen. Ggf. müssen die O-Ringe ausgetauscht werden

Wenn sich die Undichtigkeit auf diese Weise nicht beseitigen lässt, muss das Ablassventil gereinigt oder ausgetauscht werden.

Überprüfen Sie die Deckeldichtung auf Verunreinigungen bzw. auf Beschädigungen. Gegebenenfalls reinigen bzw. austauschen.

Kontrollieren, ob der Schliffstopfen der aufsetzbaren Trocknungskammer gleichmäßig und auf die gesamte Dichtfläche verteilt mit Vakuumfett eingefettet ist.

Bei Trocknungskammern mit Anschlüssen für Gummiventile sollten die Ventile abgezogen und die Anschlüsse mit Gummistopfen verschlossen werden. Zur Überprüfung der Ventile werden diese dann nacheinander wieder angeschlossen und unter Vakuum überprüft.

Die Vakuummesssonde auf Verunreinigungen, wie z. B. Wasserrückstände, kontrollieren.

Die Vakuummesssonde besitzt prinzipbedingt nur eine begrenzte Lebensdauer (siehe auch Kapitel 7.3.1). Defekte Vakuummesssonden sind als Ersatzteil erhältlich.

Die Vakuumanzeige mit einem Vergleichsgerät (wenn vorhanden) kontrollieren.

Zur Lokalisierung einer eventuellen Undichtigkeit empfehlen wir, die Vakuummesssonde direkt an dem Saugstutzen der Vakuumpumpe anzuschließen. Erreicht die betriebswarme Vakuumpumpe einen Enddruck von mindestens 0,011 mbar, kann davon ausgegangen werden, dass die Vakuumpumpe und das Messsystem in Ordnung sind. Vermutlich liegt eine Undichtigkeit vor, sofern das ungenügende Vakuum nicht auf eine unzureichende Eiskondensatortemperatur zurückzuführen ist.

Die Ölfüllung in der Vakuumpumpe kontrollieren, evtl. verunreinigtes Öl erneuern, Druckkontrolle durchführen.

Sollte auch nach diesen Schritten die Undichtigkeit nicht bestimmt oder eingegrenzt werden können, werden alle Kleinflanschverbindungen (siehe Kapitel 4.7.2), insbesondere der Sitz der Zentrierringe, überprüft. Ein Einfetten der Dichtringe mit Hochvakuumfett ist allgemein nicht erforderlich.

Die Vakuumpumpe schaltet nicht zu:

Die Vakuumpumpe ist mit einem Schutzschalter für den Antriebsmotor ausgerüstet.

Bitte separate Betriebsanleitung der Vakuumpumpe beachten.

Allgemein:

Die Vakuumkontrollen sollen bei tiefgekühltem Eiskondensator erfolgen.

6.3. Anlage zeigt keine Funktion

Sollte nach Betätigung des Netzschalters keine Anzeige im Display erscheinen, so sind folgende Prüfungen durchzuführen:

- Ist der Netzstecker eingesteckt?
- Überprüfen der bauseits sitzenden Sicherungen
- Überprüfen des Sicherungsautomaten 1F1 in der Anlagenrückwand

6.4. Keine ausreichende Eiskondensatortemperatur

Die Kältemaschine ist mit einer Schutzeinrichtung gegen Überdruck im Kältesystem und einem thermischen Motorschutz ausgerüstet.

- Bei zu hohen Umgebungstemperaturen
- bei unzureichender Luftzirkulation durch den Kälteanlagenwärmetauscher
- bei Überlastung des Kältesystems

lösen die Schutzeinrichtungen aus, und die Kältemaschine wird abgeschaltet.

Werden die zulässigen Betriebsbedingungen wieder erreicht (nach einigen Minuten), schaltet die Kältemaschine über den Druckschalter oder den Motorschutzschalter selbständig wieder ein.

Die wesentlichen Störungen werden über das Prozess- & und Anlagen Info Fenster angezeigt.

Die min. Eiskondensatortemperatur von ca. -55°C bzw. -85°C wird erreicht, wenn der Eiskondensator unbelastet und die Eiskondensatorkammer evakuiert ist.

Eine ausreichende Luftzirkulation ist erforderlich. Hinter der Anlage darf nichts abgelegt werden!

6.5. Prozess- & Anlagen Info

6.5.1. Fehlermeldungen

Vakuum 6.11 mbar nicht erreicht
Dieser Fehler tritt auf, wenn der Druck in der Eiskondensatorkammer bei geöffnetem Drucksteuerventil innerhalb von 15 Minuten 6,11 mbar nicht erreicht. Dadurch wird ein Vakuumleck im System festgestellt und es wird vermieden, dass über einen längeren Zeitraum die Pumpe gegen Atmosphäre arbeitet. Das Drucksteuerventil wird geschlossen und die Vakuumpumpe abgeschaltet. Nun sollte die Störung behoben und anschließend quittiert werden. Bei Quit wird die Vakuumpumpe erneut zugeschaltet. Ursachen: Mikrobelüftungsventil oder Ablassventil nicht geschlossen. Falscher Sitz des Deckels oder der Trocknungskammer Fehlender Schliffstopfen im Deckel oder Trocknungskammer Defekt der Vakuumpumpe, prüfen, ob der Netzschalter der Vakuumpumpe eingeschaltet ist.
Vakuummesssonde defekt
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn die Anlagensteuerung einen nicht gültigen Messwert der Vakuummesssonde einliest. Verbindungsleitung mit Steckverbindungen zur Vakuummesssonde prüfen, Atmosphärenabgleich der Sonde durchführen, ggf. Vakuummesssonde austauschen. Ursachen: Vakuummesssonde nicht angeschlossen ist. Heizwendel der Vakuummesssonde gebrochen
Überdruck Kälteaggregat 1
Überdruck Kälteaggregat KM1, ausgelöst über Druckschalter. Umgebungstemperatur, ausreichende Luftzirkulation des Kälteanlagenwärmetauschers und Belastung der Anlage überprüfen.
Überdruck Kälteaggregat 2
Überdruck Kälteaggregat KM2, ausgelöst über Druckschalter. Umgebungstemperatur, ausreichende Luftzirkulation des Kälteanlagenwärmetauschers und Belastung der Anlage überprüfen.
Übertemperatur Eiskondensator
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn die Temperatur des Eiskondensators auf über +65°C ansteigt. Gleichzeitig werden alle Aggregate abgeschaltet, sofern diese in Betrieb waren, d.h. die Anlage wird automatisch in Standby überführt. Die Fehlermeldung kann beim Abtauen erfolgen, wenn die Temperatur des Eiskondensators größer +65°C erreicht. Durch das Abschalten der Kältemaschine wird sichergestellt, dass diese nicht bei unzulässig hohen Temperaturen betrieben oder gestartet wird. Die Anlage kann erst wieder in Betrieb genommen werden, wenn die Eiskondensatortemperatur weniger als +65°C beträgt.

Eiskondensatortemperatur ≥ -20°C
Verursacht durch eine unzureichende Kühlung des Eiskondensators kann die Eiskondensatortemperatur auf einen Wert ≥ -20°C während der Trocknung ansteigen. Um Schäden an der Vakuumpumpe durch das Absaugen kondensierbarer Gase zu verhindern, schließt das Drucksteuer-ventil bei dieser Temperatur automatisch, und diese Fehlermeldung wird ausgegeben. Das Verhalten des Kältesystems ist in diesem Fall zu beobachten; bitte wenden Sie sich ggf. an Ihren Kundenservice.
Temperaturmessfühler Eiskondensator defekt
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn der Temperaturfühler nicht angeschlossen oder defekt ist. Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an Ihren Kundenservice.
Temperaturmessfühler Abtauheizung defekt
Diese Fehlermeldung erscheint, wenn der Temperaturfühler nicht angeschlossen oder defekt ist. Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an Ihren Kundenservice.
Netzausfall
Ein Netzausfall wird erkannt, wenn unter Betriebsbedingungen (Run-Modus) die Spannungsversorgung unterbrochen wurde. Sobald die Netzspannung wieder verfügbar ist, wird der Prozess fortgesetzt. Prozesszeiten werden zurückgesetzt auf Null. Regelsollwerte bleiben erhalten.
Werkseinstellungen geladen
Sämtliche Einstellungen wurden auf den Auslieferungszustand der Anlage zurückgesetzt. Die Werkseinstellungen werden geladen, wenn der entsprechende Menüpunkt im Servicemenü ausgeführt wurde oder ein Fehler im Parameterspeicher vorlag.
IO Kommunikationsfehler (0x20)
Fehler im IO Modul LDplus EA Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an Ihren Kundenservice.

7. Wartung und Instandhaltung

7.1. Wartungsarbeiten

7.1.1. Eiskondensatorkammer

Vor jeder Inbetriebnahme muss dafür gesorgt werden, dass sich kein Wasser in der Eiskondensatorkammer befindet. Falls erforderlich, wird die Eiskondensatorkammer ausgewischt.

Es ist zu empfehlen, vor jedem Trocknungsvorgang das Ablassventil zu öffnen und wieder zu verschließen.

7.1.2. Wärmetauscher

Um das von der Kühlmaschine komprimierte Kältemittel abzukühlen, wird ein lamellierter Wärmetauscher eingesetzt. Dieser Wärmetauscher befindet sich auf der Geräterückseite der Anlage und muss im Abstand von einigen Monaten auf Staub- und Schmutzrückstände überprüft und wenn erforderlich, gereinigt werden. Die Reinigung des Wärmetauschers erfolgt am zweckmäßigsten durch Abbürsten und Absaugen mittels Staubsauger von außen oder durch Ausblasen mittels Pressluft vom Geräteinneren her.

Größere Verunreinigungen des Wärmetauschers führen zu einem Leistungsverlust und können einen Ausfall der Anlage verursachen!

Bitte beachten: Die Anlage darf nicht auf den Kopf gestellt werden!

7.1.3. Vakuummesssonde VSP62/63

Separate Betriebsanleitung der Vakuummesssonde VSP62/63 beachten!

Die Vakuummesssonde VSP62/63 besitzt einen internen Piranisensor, der die Wärmeleitfähigkeit von Gasen nutzt. Der dabei verwendete Wolfram-Draht reagiert mit den Bestandteilen des umgebenden Gases und hat daher nur eine begrenzte Lebensdauer. Insbesondere kohlenstoffhaltige Substanzen wie z.B. alkoholische Verbindungen verkürzen die Lebensdauer extrem.

Die Vakuummesssonde ist wartungsfrei.

Äußere Verschmutzungen mit einem Tuch entfernen.

7.1.4. Gummiventile

Besondere Aufmerksamkeit ist den Gummiventilen zu widmen. Sollten die Gummiventile schwergängig geworden sein, müssen sie zerlegt, gereinigt, mit Vakuumfett leicht eingefettet und wieder zusammengebaut werden.

7.1.5. Vakuumpumpe

Zur Wartung der Vakuumpumpe bitten wir Sie, die beigefügte Betriebsanleitung der Vakuumpumpe zu beachten.

Ergänzend hierzu möchten wir auf folgende Punkte besonders hinweisen:

Der Ölstand der Vakuumpumpe muss regelmäßig am Schauglas kontrolliert werden (bei Dauerbetrieb mindestens einmal pro Woche). Fehlendes Öl ist über den Öleinlass nachzufüllen. Zum Nachfüllen siehe Betriebsanleitung der Vakuumpumpe.

Der erste Ölwechsel ist nach ca. 100 Betriebsstunden vorzunehmen. Die weiteren Ölwechselintervalle richten sich nach den Betriebsbedingungen. Allgemein ist ein Ölwechsel nach ca. 500 bis 1000 Betriebsstunden erforderlich.

Der Ölwechsel sollte grundsätzlich nur bei warmer Pumpe durchgeführt werden.

7.1.6. Auspufffilter

Sofern die Anlage mit einem Auspufffilter ausgerüstet ist (notwendig, wenn die Auspuffgase nicht ins Freie oder in einen Abzug geleitet werden können), so muss darauf geachtet werden, dass das Kondensat im Filter nicht zu hoch ansteigt. Über eine Ölablassschraube am Filter wird das Kondensat abgelassen.

(Bitte separate Betriebsanleitung beachten!)

7.1.7. Reinigung

7.1.7.1. Reinigung der Gefriertrocknungsanlage

Zur Reinigung der Gefriertrocknungsanlage Seifenwasser oder andere wasserlösliche, milde Reinigungsmittel verwenden. Ätzende und aggressive Stoffe vermeiden. Keine Laugen oder scharfen Lösungsmittel, keine Mittel mit Scheuer- oder Schürfbestandteilen verwenden. Produktrückstände in der Eiskondensatorkammer mit einem Tuch entfernen. Es empfiehlt sich, den Gefriertrocknungsanlagendeckel bzw. die Trocknungskammer bei Nichtgebrauch der Gefriertrocknungsanlage zu öffnen, damit evtl. Feuchtigkeit entweichen kann.



Es sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu beachten und einzuhalten, falls die Gefahr der toxischen, radioaktiven oder pathogenen Kontamination besteht.

7.1.7.2. *Reinigung von Zubehör*

Bei der Pflege des Zubehörs müssen besondere Vorsichtsmaßregeln beachtet werden, da es sich hierbei um Maßnahmen zur Wahrung der Betriebssicherheit handelt.

Chemische Reaktionen sowie Druckkorrosion (Kombination von wechselndem Druck und chemischer Reaktion) können das Gefüge der Metalle und Kunststoffteile angreifen bzw. zerstören. Kaum nachweisbare Risse an der Oberfläche vergrößern sich und schwächen das Material, ohne deutlich sichtbare Anzeichen dafür zu hinterlassen. Bei Feststellung einer sichtbaren Gefügezerstörung an der Oberfläche, einer Rissbildung, einer Druckstelle oder einer sonstigen Veränderung, wie auch Korrosionserscheinungen, ist das betreffende Teil (Stellfläche, Gefäß, Trocknungskammer, etc.) im Interesse der eigenen Sicherheit unverzüglich auszutauschen.

Um Schäden vorzubeugen sind Lüfter, Deckeldichtung, Gefäße, Gestelle, Trocknungskammer, Stellflächen, etc. regelmäßig zu reinigen.

Die Reinigung des Zubehörs sollte außerhalb der Gefriertrocknungsanlage einmal wöchentlich, oder besser nach jedem Gebrauch erfolgen.



Es sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu beachten und einzuhalten, falls die Gefahr der toxischen, radioaktiven oder pathogenen Kontamination besteht.

Besonders Aluminiumzubehör ist stark korrosionsgefährdet. Für die Reinigung dieser Teile sollte daher besonders neutrales Reinigungsmittel benutzt werden, dessen pH-Wert zwischen 6 und 8 liegt. Alkalische Reinigungsmittel (pH > 8) sind zu vermeiden. Die Lebensdauer wird dadurch erhöht und die Korrosionsanfälligkeit wesentlich vermindert.

Eine sorgfältige Pflege durch den Benutzer verlängert die Lebensdauer und verhindert den vorzeitigen Ausfall des Zubehörs. Kommt es wegen mangelnder Pflege zu Schäden, kann beim Hersteller kein Garantieanspruch geltend gemacht werden.

7.1.7.3. *Reinigung der Trocknungskammer*

Die Trocknungskammer ist mit der Splitterschutzfolie LYO CHAMBER GUARD ausgestattet. Um Schäden an der Folie zu vermeiden, dürfen zur Reinigung nur Wasser und handelsübliche Fensterreinigungsmittel und weiche synthetische Schwämme, weiche Tücher oder Gummiwischer verwendet werden.

Keine Mittel mit Scheuerbestandteilen, harte Schwämme, grobe Tücher oder Bürsten verwenden!

Trocknungskammer mit LYO CHAMBER GUARD niemals trocken reinigen!

7.1.7.4. Pflege des Belüftungsventils und des Ablassventils

Dem Belüftungsventil sowie dem Ablassventil ist besondere Aufmerksamkeit zu widmen. Sollten sich hier Rückstände aus vorangegangenen Trocknungen ablagern, so besteht die Gefahr eines nicht ordnungsgemäßen Betriebes der Gefriertrocknungsanlage. Es sollte daher darauf geachtet werden, dass kein Trockengut oder andere Rückstände zum Belüftungsventil sowie zum Ablassventil gelangen.

7.1.8. Desinfektion von Trocknungskammer, Deckel und Zubehör

Es können handelsübliche Desinfektionsmittel, wie z. B. INCIDUR, Meliseptol, Sagrotan, Buraton oder Terralin verwendet werden (über den örtlichen Laborfachhandel erhältlich).

ACHTUNG! Verträglichkeit des Deckels bzw. der Trocknungs-kammer prüfen; siehe auch Anlage: "Spannungsriss- und Chemikalienbeständigkeit PLEXIGLAS®".

Die Gefriertrocknungsanlagen und das Zubehör bestehen aus unterschiedlichen Materialien, eine evtl. Unverträglichkeit muss beachtet werden. Die Verträglichkeit der äußeren Schutzschicht aus LYO CHAMBER GUARD wurde bisher in der Praxis nicht überprüft. Eine vollkommene Beständigkeit kann nicht gewährleistet werden.

Beim Autoklavieren muss die Dauertemperaturbeständigkeit der einzelnen Materialien beachtet werden. Bitte fragen Sie von Fall zu Fall bei uns an.

Bei Verwendung von Gefahrenstoffen besteht die Pflicht zur Desinfektion der Gefriertrocknungsanlagen und des Zubehörs.

7.1.9. Prüfungen durch den Benutzer

Der Benutzer hat darauf zu achten, dass zur Sicherheit beitragende, wichtige Teile der Gefriertrocknungsanlage nicht beschädigt sind.

Dies gilt besonders für:

- Deckel oder Trocknungskammer
- Dichtungen
- Ölstand Vakuumpumpe
- Zubehör, wobei besonderes Augenmerk zu richten ist auf Veränderungen wie Korrosionsbildung, Anrisse, Materialabtragung etc.

Außerdem ist eine regelmäßige Schutzleiterprüfung durch-zuführen.

7.2. Instandhaltungsarbeiten

GEFAHR ! Bei Instandhaltungsarbeiten, die die Entfernung der Verkleidung erfordern, besteht die Gefahr eines elektrischen Schlags oder mechanischer Verletzungen. Solche Arbeiten sind ausschließlich qualifiziertem Fachpersonal vorbehalten.

Die Gefriertrocknungsanlage ist hohen mechanischen Belastungen ausgesetzt. Um der starken Beanspruchung standzuhalten, werden bei der Fertigung hochwertige Bauteile eingesetzt. Trotzdem kann es zu Verschleißerscheinungen kommen, die von außen nicht sichtbar sind.

Wir empfehlen daher, die Gefriertrocknungsanlage im Rahmen einer Inspektion durch den Hersteller einmal jährlich prüfen zu lassen.

Diese Dienstleistung kann auch im Rahmen eines Wartungs-vertrages (siehe **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**) vereinbart werden.

Informationen und Terminabsprachen:

in Deutschland:

- Nutzen Sie die Serviceanforderung online unter www.martinchrist.de → [Servicebereich]
- oder setzen Sie sich in Verbindung mit

  Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen GmbH
  An der Unteren Söse 50
  37520 Osterode
  Tel. +49 (0) 55 22 / 50 07-84 25
  Fax +49 (0) 55 22 / 50 07-94 25
  E-mail: service@martinchrist.de

außerhalb Deutschlands:

- Setzen Sie sich mit unserer Vertretung Ihres Landes in Verbindung. Die Adresse finden Sie unter www.martinchrist.de → [Kontakte] → [Auslandsvertretungen]

HINWEIS!

- Bei Inanspruchnahme des Kundendienstes stets den Gerätetyp und die Fabriknummer angeben.
- Serviceanforderung direkt über das Internet nutzen (siehe oben).

7.2.1. Christ Wartungsvertrag für Gefriertrocknungsanlagen

Mit dem CHRIST Wartungsvertrag bietet die Firma Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen GmbH eine Dienstleistung an, die über die normale Pflege und Wartung des Anwenders hinaus einen zuverlässigen Betrieb der Gefriertrocknungsanlage gewährleistet.

Eine vertragliche Wartung durch einen unserer Servicetechniker beinhaltet die Inspektion der Christ Gefriertrocknungsanlage gemäß folgender Spezifizierung:

- Prüfung gemäß BGV A3 (elektrische Anlagen und Betriebsmittel)
- Prüfung des allgemeinen Zustands
- Prüfung von mechanischen Funktionen
- Prüfung des Kältesystems
- Prüfung des Vakuumsystems inkl. Vakuummesssonde und Vakuumanzeige
- Prüfung der Kompressor- und Vakuumpumpen-aufhängung
- Prüfung der Betriebsmittel-Füllstände
- Prüfung des Zubehörs
- Durchführung eines Probelaufs
- Ausfertigung eines Serviceberichts

Die Terminverfolgung wird durch die Firma Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen GmbH organisiert.

Weitere Informationen zu diesem Thema erhalten Sie bei unserer Serviceleitung (Kontakt siehe oben).

Dieses Angebot gilt nur für Deutschland. Aus dem Ausland setzen Sie sich bitte mit unserer Vertretung Ihres Landes in Verbindung (siehe oben).

7.3. Rücksendung defekter Teile

Trotz aller Sorgfalt bei der Fertigung unserer Produkte ist es hin und wieder notwendig, das Gerät oder ein Zubehörteil an den Hersteller zurückzusenden.

Um eine Rücksendung von Gefriertrocknungsanlagen, Rotations-Vakuum-Konzentratoren, Ersatzteilen oder Zubehör zügig und wirtschaftlich bearbeiten zu können, benötigen wir vollständige und umfassende Angaben zum Vorgang. Füllen Sie deshalb die nachfolgend aufgeführten Formulare komplett aus und senden Sie sie unterschrieben zusammen mit dem Produkt zurück an:

Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen GmbH
An der Unteren Söse 50
37520 Osterode (Deutschland)

1. **Unbedenklichkeitsbescheinigung des Betreibers (Dekontaminationserklärung)**
   Als zertifiziertes Unternehmen und aufgrund gesetzlicher Vorschriften zum Schutz unserer Mitarbeiter und der Umwelt sind wir verpflichtet, für alle Wareneingänge die Unbedenklichkeit zu dokumentieren. Zu diesem Zweck benötigen wir eine Dekontaminationserklärung.

   - Das Formular muss von autorisiertem Fachpersonal vollständig ausgefüllt und abgezeichnet werden.
   - Bringen Sie das Original gut sichtbar außen an der Verpackung an.

HINWEIS! Liegt der Rücksendung keine entsprechende Erklärung bei, führen wir eine kostenpflichtige Dekontamination zu Ihren Lasten durch!

2. **Formular zur Rücksendung defekter Teile**
   Auf diesem Formular werden die produktbezogenen Daten eingetragen. Sie erleichtern die Zuordnung und ermöglichen eine zügige Abwicklung der Rücksendung. Werden mehrere Teile in einem Paket zurückgeschickt, sollte zu jedem defekten Teil eine separate Fehlerbeschreibung beigefügt werden.

   - Eine ausführliche Fehlerbeschreibung ist notwendig, um die Reparatur zügig und wirtschaftlich durchzuführen.
   - Vermerken Sie auf diesem Formular unbedingt in dem vorgegebenen Feld, wenn ein Kostenvoranschlag gewünscht wird. Kostenvoranschläge werden nur auf ausdrücklichen Wunsch und gegen Berechnung erstellt. Bei Auftragserteilung werden die Kosten verrechnet.

3. **Abholauftrag (nur innerhalb Deutschlands)**
   Auf Ihren Wunsch beauftragen wir eine Spedition mit der Abholung des Gerätes. In diesem Fall füllen Sie den Abholauftrag aus und senden das Formular per E-Mail oder Fax an uns zurück.

HINWEIS! Das Gerät muss transportsicher verpackt werden, am besten in der Originalverpackung.

Wird das Produkt in einer ungeeigneten Verpackung an uns gesendet, erfolgt die Neuverpackung für den Rücktransport zu Ihren Lasten.

Die Formulare stehen als Online Formular-Download unter www.martinchrist.de → [Servicebereich] zur Verfügung.

8. Optionen

8.1. Prozessleitsystem LPC-32, Software

Auf Anfrage.

Siehe separate Betriebsanleitung.

8.2. Prozessleitsystem LPC-32, Software mit PC-Hardware

Auf Anfrage.

Siehe separate Betriebsanleitung.

8.3. LyoLog LL-1 (Dokumentationssoftware)

Auf Anfrage.

Siehe separate Betriebsanleitung.

8.4. LDplus Simulationstool (Trainingssoftware)

Auf Anfrage.

8.5. Elektrische Hebevorrichtung

Für:
ALPHA 1-4/2-4 LSC
GAMMA 1-16 LSC / 2-16 LSC
DELTA 1-24 LSC / 2-24 LSC
ALPHA 1-4/2-4 LDplus
BETA 1-8/2-8 LDplus

9. Anlagen

Konformitätserklärung BETA 1-8 LD_{plus} / BETA 2-8 LD_{plus}

Sicherheitsdatenblatt "Spannungsriss- und Chemikalienbeständigkeit Plexiglas®" (Material der Trocknungskammer bzw. der Deckel)

Betriebsanleitung der Vakuumpumpe (nur bei Lieferung)

Betriebsanleitung des Auspufffilters (nur bei Lieferung)

Betriebsanleitung der Vakuummesssonde (nur bei Lieferung)



EG – KONFORMITÄTSERKLÄRUNG

im Sinne der EG-Maschinenrichtlinie 2006/42/EG, Anhang II, Teil 1, Abschnitt A

Das nachfolgend bezeichnete Produkt wurde entwickelt, konstruiert und gefertigt in Übereinstimmung mit den einschlägigen grundlegenden Sicherheits- und Gesundheitsanforderungen der aufgeführten EG-Richtlinien.
Bei einer nicht mit uns abgestimmten Änderung oder einer nicht bestimmungsgemäßen Anwendung verliert diese Erklärung ihre Gültigkeit.

Produktbezeichnung:	Gefriertrocknungsanlage
Produkttyp:	Beta 1-8 LDplus Beta 2-8 LDplus
Bestellnummer:	101581 101582
Richtlinien:	2006/42/EG Maschinenrichtlinie 2006/95/EG Niederspannungsrichtlinie 2004/108/EG EMV Richtlinie

Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen GmbH
An der Unteren Söse 50
37520 Osterode

CE-Bevollmächtigter
S. Krippendorff

Osterode, 03.08.2011

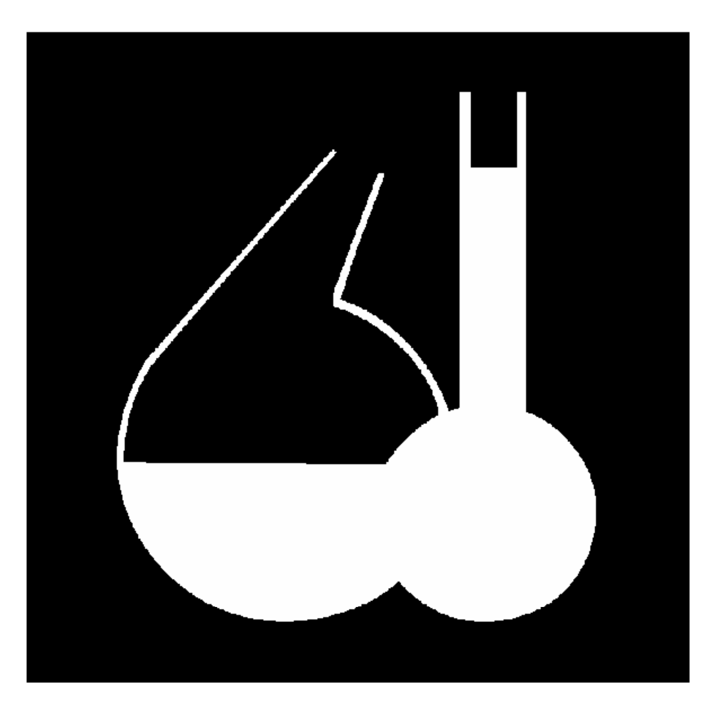
M. Christ – Geschäftsleitung

Beta1-8_2-8LDplus_2011-08-03_de.doc



Spannungsriss- und Chemikalienbeständigkeit

PLEXIGLAS® GS
PLEXIGLAS® XT
PLEXIGLAS RESIST® XT



Inhalt

Diese Schrift fasst das chemische Verhalten unserer Halbzeuge-Gruppen zusammen, indem deren Spannungsrissbildungsergebnisse und Chemikalienbeständigkeiten für eine Reihe von chemischen Agenzien in Listen übersichtlich dargestellt werden und eine Gesamtbeurteilung erfolgt.

Anmerkungen

Kurzaussagen zur Chemikalienbeständigkeit alleine gegen teils weitere Substanzen, z. B. auch Markenartikel, liegen zusätzlich vor in der Druckschrift "Chemisches Verhalten, PLEXIGLAS® GS und XT" (Kenn-Nr. 211-1).

Die physikalischen Eigenschaften sind den jeweiligen "Produktbeschreibungen" zu den einzelnen Halbzeugen zu entnehmen, die bei den Lieferanten angefordert werden können.

Bei der Anwendung unserer Produkte sind außerdem zu beachten:

- die regional gültigen Bauvorschriften und Immissionsschutzgesetze
- zutreffende Normen
- Gewährleistungen nach VOB oder BGB
- Berufsgenossenschafts-Richtlinien u. a.

Für die Markterhältlichkeit der genannten Produkte gelten die jeweils aktuellen Lieferprogramme der Halbzeuge.

Inhaltsverzeichnis	Seite
	und Drucker)

1 Einleitung

Für viele Anwendungen von PLEXIGLAS® entsteht die Frage nach der Beständigkeit beim Kontakt mit bestimmten Agenzien bzw. Werkstoffen, da diese letztendlich über die Zulässigkeit eines geplanten Einsatzzweckes mitentscheidet.
Zur Beurteilung dient hierfür meistens das unter normierten Bedingungen durchgeführte Laborexperiment, das einerseits einen Vergleich der Wirkung verschiedener Agenzien erlaubt, andererseits aber auch einen Vergleich der Wirkung auf verschiedene Kunststoffe, z. B. PLEXIGLAS®.

1.1 Chemikalienbeständigkeit

Die einfachste Möglichkeit, Wirkungen dieser Art zu untersuchen, besteht darin, Prüfkörper ohne zusätzliche Belastung mit den entsprechenden Agenzien in Kontakt zu bringen, d. h. sie in Flüssigkeiten einzutauchen oder aber bei Feststoffen diese auf die Oberfläche aufzulegen. Man spricht dann im allgemeinen von der Prüfung der Chemikalienbeständigkeit oder Fleckunempfindlichkeit.

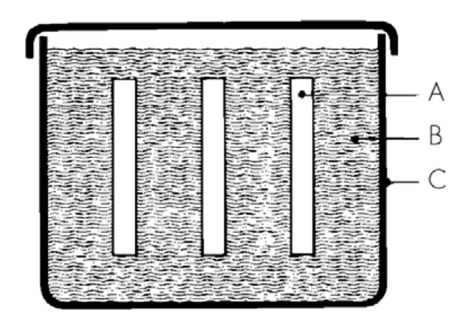
Als Beurteilungskriterien dienen die nach Lagerung entstandenen Veränderungen des Aussehens, Gewichtes und der Festigkeit.
Einwirkungsdauer, Temperatur und Konzentration des einwirkenden Stoffes beeinflussen das Ergebnis sehr stark. Um verlässliche Ergebnisse zu erhalten, müsste man die im praktischen Anwendungsfall vorliegenden Bedingungen - Zeit, Temperatur und Konzentration - exakt nachstellen. Dies ist allerdings nur in Ausnahmefällen gerechtfertigt. Damit man im Versuch zu möglichst kurzen Prüfzeiten kommt, erhöht man deshalb die Prüftemperatur und/oder die Konzentration. Man bedient sich dabei der Erfahrung, dass chemische Reaktionen mit höher werdender Temperatur schneller ablaufen.
Prüfungen dieser Art sind in der Norm DIN 53476 - Bestimmung des Verhaltens gegen Flüssigkeiten - beschrieben (Abb. 1).
Es wird diejenige Prüfdauer von 1 Tag, 1 Woche oder 1 Monat angegeben, innerhalb derer die ersten Veränderungen am Prüfkörper sichtbar wurden. Eine zusätzliche Kurzzeitprüfung von 1 Minute Dauer lässt besonders aggressive Chemikalien erkennen.

Die verschiedenen PLEXIGLAS® Sorten zeigen in ihrer chemischen Beständigkeit gewisse Unterschiede. PLEXIGLAS GS ist aufgrund seines höheren Molekulargewichtes etwas beständiger als PLEXIGLAS® XT oder Spritzgussteile aus PLEXIGLAS® Formmasse.
Der Unterschied ist allerdings oft nur graduell. Deshalb sind die Beständigkeitslisten für diese Materialien auch nahezu identisch.

Genaueren Aufschluss darüber, wie die einzelnen PLEXIGLAS® Sorten den Prüfergebnissen zuzuordnen sind, gibt „2.1 Zeichenerklärung".

Die Prüfergebnisse der Chemikalienbeständigkeit sind insbesondere bei dauerhafter Einwirkung von Agenzien auf spannungsfreie Kunststoffe anwendbar.

Abb. 1: Prüfung auf Chemikalienbeständigkeit nach DIN 53476



A = Prüfkörper
B = Agens
C = Behälter

1.2 Spannungsrissbildung

In vielen Anwendungsfällen muss mit Spannungen, z. B. durch Bearbeitung, Warmformen, Schrauben, Klemmen, Kalteinbiegen oder lokal unterschiedlichen Wärmebelastungen gerechnet werden. Die dadurch erzeugten Spannungen müssen dann bei der Beurteilung des Verhaltens von PLEXIGLAS® berücksichtigt werden.
Sind Kunststoffe in Luft über einen bestimmten Wert hinaus spannungs- bzw. dehnungsbelastet, dann entstehen abhängig von der anliegenden Spannung bzw. Dehnung nach kurzer (hohe Spannung) oder langer Zeit (niedrige Spannung) im Material Risse. Die gleichzeitige Einwirkung bestimmter Agenzien kann diese Zeitspanne bis zum Auftreten erster Risse drastisch verkürzen. Diese Erscheinung bezeichnet man als "umgebungsbedingte Spannungsrissbildung" oder abgekürzt "Spannungsrissbildung".

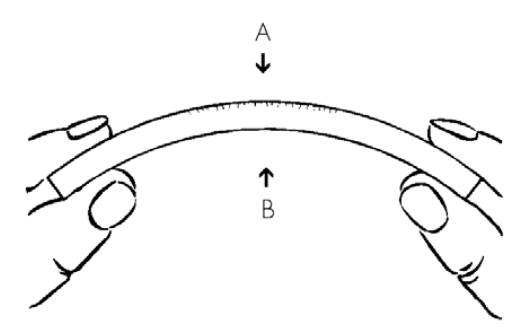
Wie ein einfacher Versuch zeigt, verursachen nur Zugspannungen Spannungsrissbildung: Biegt man einen PLEXIGLAS® Stab zwischen den Händen (Abb. 2) und befeuchtet die mit Zugspannungen behaftete konvexe Oberseite mit Ethylalkohol, dann tritt nach kurzer Zeit Rissbildung auf. Derselbe Versuch auf der mit Druckspannungen behafteten konkaven Unterseite führt nach langen Zeiten nicht zur Rissbildung.

Für PLEXIGLAS® sind verschiedene Rissbildungs-Prüfverfahren anwendbar. Alle Verfahren sind relativ aufwendig bezüglich der Anzahl der Prüfkörper und/oder deren Herstellung sowie Durchführung der Prüfung und Prüfeinrichtungen.
Eine weitere Schwierigkeit besteht auch in der Übertragung der erhaltenen Prüfergebnisse in die Praxis, da hierzu dem Anwender häufig noch zu wenige Erfahrungen vorliegen.

Wesentlich leichter fällt uns dies bei dem in unserem Hause seit mehr als 30 Jahren erfolgreich angewendeten **"Biegeversuch"**, dessen Belastungsfall zwischen dem "Zeitstandzugsversuchs-Verfahren" und dem "Biegestreifen-Verfahren" nach DIN 53 499 einzuordnen ist.
Einseitig waagerecht eingespannte Biegestäbe (Abb. 3) werden auf der Oberseite mit dem Prüfmedium beschichtet und an ihrem freien Ende so belastet, daß nahe der Einspannung eine maximale Zugspannung $\sigma_{b,m}$ bis zu 30 MPa entsteht. Diese fällt bis zum Lastangriffspunkt linear auf den Wert Null ab. Dabei ist jedem Punkt der Oberseite in Stablängsrichtung eine definierte Zugspannung zuzuordnen. Die Rissbildung beginnt an der Stelle mit der höchsten Zugspannung und schreitet mit der Prüfdauer in Richtung Lastangriffspunkt bis zu einer bestimmten Stelle fort. Nach einer Prüfdauer von 24 Stunden bei Temperaturen von 23 °C wird visuell festgestellt, bis zu welcher Stelle am Stab Rissbildung aufgetreten ist. Dieser Stelle wird rechnerisch eine Grenzbiegespannung $\sigma_{b,g}$ zugeordnet.

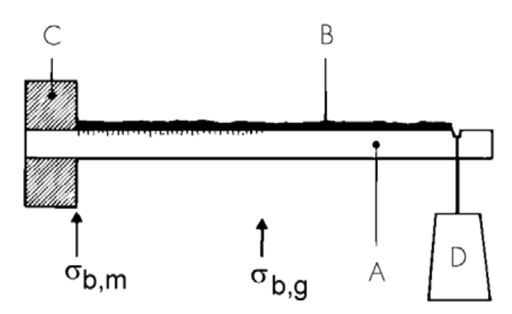
Langjährige Erfahrung zeigt, dass Produkte, die nach 24 Stunden bei Grenzspannungen über 25 MPa bei 23 °C (und/oder über 15 MPa bei 50 °C) keine Rissbildung ergeben, auch im praktischen Einsatz keine Spannungsrissbildung verursachen, wenn unsere für die verschiedenen Halbzeuge gültigen Anwendungsvorschriften eingehalten werden.

Abb. 2: Handversuch zur Spannungsrissbildung



A = Zugspannungen
B = Druckspannungen

Abb. 3: Biegeversuch zur Spannungsrissbildung



A = Prüfkörper
B = Agens
C = Einspannung
D = Gewicht

2 Prüfergebnisse

2.1 Zeichenerklärung

Die umfangreichen Aussagen der nachfolgenden Ergebnislisten sind mit Zeichen und Abkürzungen versehen, die der zusätzlichen Erläuterung bedürfen:

Konz =	Konzentration der Prüfchemikalie in max. möglicher chemischer Reinheit oder wässriger Lösung
Mat =	Material, d. h. Halbzeug-Art, aus welcher die untersuchten Prüfkörper bestanden
233 =	PLEXIGLAS® GS 233; Ergebnis gültig auch für GS 215, 218, 221, 222, 231, 238, 247, 1001 und 2458 und PLEXIGLAS SOUNDSTOP® GS; merklich besser beständig ist vernetztes PLEXIGLAS® z. B. GS 209 und GS SW 235 (= Sanitär)
XT =	PLEXIGLAS® XT 20070; Ergebnis gültig auch für XT 20080, 24370, 21570 AR, SPIEGEL XT sowie für PLEXIGLAS SOUNDSTOP® XT
XT-R =	PLEXIGLAS RESIST® XT 41; Ergebnis gültig auch für RESIST XT 31 und RESIST XT 21; für alle RESIST XT Sorten gilt, dass sie in der Chemikalienbeständigkeit empfindlicher, in der Spannungsrissbeständigkeit jedoch besser sind als nichtmodifiziertes XT.
	Von **eingefärbten** PLEXIGLAS® Platten ist ein Verhalten zu erwarten, das den ihnen zuzuordnenden obigen farblosen (Grund-) Sorten entspricht.
SP =	Spannungsrissbeständigkeit ("Röhm-Prüfverfahren", Biegeversuch)
CB =	Chemikalienbeständigkeit (ähnlich DIN 53 476]
EZ =	Einwirkzeit bei der Chemikalienbeständigkeitsprüfung in Tagen, bei Kurzzeitprüfung 1 Minute
GB =	**Gesamtbeurteilung**, d. h. kritische Zusammenfassung der visuellen Beurteilungen von Spannungsrissverhalten **und** chemischer Beständigkeit

+ = beständig
o = bedingt beständig
- = nicht beständig

2.2 Ergebnislisten

Alkohole, ein- und mehrwertige

Chemikalie Konz	Mat	SP	CB	EZ	CB-Beurteilung	CB-Kurzzeit-prüfung	GB
1-Butanol							
100%	233	-	-	28	Rissbildung, gequollen	kein Veränderung	-
100%	XT	-	-	7	stark gequollen, weiß	kein eVeränderung	-
100%	XT-R	-	-	1	weich, weiß, stark gequollen	keine Veränderung	-
1-Hexanol							
98%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
98%	XT	-	O	28	ganz leicht gequollen	keine Veränderung	-
98%	XT-R	-	-	7	gequollen, weiß, matt	keine Veränderung	-

1-Methoxy- 2-propanol							
99%	233	-	-	1	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT	-	-	7	stark angelöst	kein Veränderung	-
99%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	Oberfläche trüb	-
1-Pentanol							
100%	233	-	O	28	Rissbildung, gequollen	keine Veränderung	-
100%	XT	-	-	28	trüb, gequollen	keine Veränderung	-
100%	XT-R	-	-	1	weich, weiß, stark gequollen	keine Veränderung	-
2-Propanol							
100%	233	-	-	7	Rissbildung, gequollen	keine Veränderung	-
100%	XT	-	-	7	gequollen, weiß, Rissbildung	keine Veränderung	-
100%	XT-R	-	-	1	gequollen, weiß, matt	keine Veränderung	-
Cyclohexanol							
99,5%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99,5%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99,5%	XT-R	-	-	7	gequollen, weiß, matt	keine Veränderung	-
Ethanol							
100%	233	-	-	7	weich, gequollen	keine Veränderung	-
100%	XT	-	-	1	gequollen	keine Veränderung	-
100%	XT-R	-	-	1	weich, gequollen, weiß	keine Veränderung	-
50%	233	-	-	7	gequollen	keine Veränderung	-
50%	XT	-	-	1	gequollen	keine Veränderung	-
50%	XT-R	+	-	1	gequollen, weiß, matt	keine Veränderung	-
Ethylenglykol							
100%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
100%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
100%	XT-R	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
Ethylenglykol (Frostschutz)							
50%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
50%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
50%	XT-R	+	o	28	leicht trüb	keine Veränderung	o

Glyzerin							
98%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
98%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
98%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
Methanol							
100%	233	-	-	1	weich, gequollen	keine Veränderung	-
100%	XT	-	-	1	weich, gequollen	keine Veränderung	-
100%	XT-R	-	-	1	weich, gequollen, weiß	leicht trüb	-
Phenol (gelöst in Wasser)							
5%	233	-	-	1	weiß, klebrig, gequollen	keine Veränderung	-
5%	XT	-	-	1	weiß, klebrig, gequollen	keine Veränderung	-
5%	XT-R	-	-	1	weiß, klebrig, gequollen	keine Veränderung	-

Organische Lösungsmittel, Kraftstoffe

Chemikalie Konz	Mat	SP	CB	EZ	CB-Beurteilung	CB-Kurzzeit-prüfung	GB
Butylacetat (Essigsäure-butylester)							
99%	233	-	-	1	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT	-	-	7	stark angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	gequollen, angelöst, weiß	-
Essigester (Ethylacetat)							
99%	233	-	-	1	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT	-	-	1	stark angelöst	Oberfläche leicht matt	-
99%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	gequollen, angelöst, matt	-
Pentylacetat (Amylacetat)							
98%	233	-	-	28	gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
98%	XT	-	-	28	stark angelöst	keine Veränderung	-
98%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	leicht angelöst, matt	-

Aceton							
99%	233	-	-	28	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT	-	-	1	Proben aufgelöst	leicht angelöst, leicht matt	-
99%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	gequollen, angelöst, weiß	-
Cyclohexanon							
99%	233	-	-	7	Probe stark angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT	-	-	28	stark angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	Oberfläche matt	-
Diethylketon							
99%	233	-	-	1	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT	-	-	1	stark angelöst	leicht angelöst, leicht matt	-
99%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	gequollen, angelöst, weiß	-
Ethylmethylketon							
99,5%	233	-	-	1	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
99,5%	XT	-	-	1	stark angelöst	leicht angelöst, leicht matt	-
99,5%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	gequollen, angelöst, weiß	-
Cyclohexan							
99,5%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99,5%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99,5%	XT-R	-	-	28	gequollen, weiß	keine Veränderung	-
Iso-Octan							
99,5%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99,5%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99,5%	XT-R	-	o	28	leicht trüb	keine Veränderung	-
n-Heptan							
99%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99%	XT-R	-	-	28	gequollen, gedeckt weiß	keine Veränderung	-
n-Hexan							
99%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99%	XT-R	-	-	28	gequollen, weiß	keine Veränderung	-

Formamid							
99%	**233**	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
99%	**XT**	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
99%	**XT-R**	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
N-Methylformamid							
99%	**233**	**-**	**-**	**7**	**gequollen, trüb**	**keine Veränderung**	**-**
99%	**XT**	**-**	**-**	**1**	**gequollen, angelöst, weiß**	**keine Veränderung**	**-**
99%	**XT-R**	**-**	**-**	**1**	**gequollen, weiß, matt**	**keine Veränderung**	**-**
Perchlorethylen (Tetrachlorethylen)							
99%	**233**	**-**	**-**	**28**	**matt, Oberfläche weich**	**keine Veränderung**	**-**
99%	**XT**	**-**	**-**	**1**	**gequollen, leicht angelöst**	**keine Veränderung**	**-**
99%	**XT-R**	**-**	**-**	**1**	**stark gequollen u. angelöst**	**keine Veränderung**	**-**
Shellsol T							
	233	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT-R	**-**	**o**	**28**	**leicht trüb**	**keine Veränderung**	**-**
Terpentinersatz							
	233	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT-R	**-**	**-**	**7**	**gequollen, weiß**	**keine Veränderung**	**-**
Terpentinöl DAB 7							
	233	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT-R	**-**	**-**	**7**	**gequollen, weiß**	**keine Veränderung**	**-**
Tetrachlor-kohlenstoff							
99%	**233**	**-**	**-**	**1**	**gequollen, leicht angelöst**	**keine Veränderung**	**-**
99%	**XT**	**-**	**-**	**1**	**stark angelöst**	**keine Veränderung**	**-**
99%	**XT-R**	**-**	**-**	**1**	**z.T. aufgelöst**	**keine Veränderung**	**-**
Dieselkraftstoff DIN 51601							
	233	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT-R	**-**	**o**	**28**	**hellbraun, klar**	**keine Veränderung**	**-**

FAM-Prüfkraftstoff DIN 51604 A							
	233	-	-	1	stark gequollen, klebrig	keine Veränderung	-
	XT	-	-	1	gequollen, angelöst, weiß	leicht matt, leicht angelöst	-
	XT-R	-	-	1	stark gequollen, angelöst	trüb, angelöst, gequollen	-
FAM-Prüfkraftstoff DIN 51604 B							
	233	-	-	1	gequollen, angelöst	leicht trüb	-
	XT	-	-	1	gequollen, angelöst	trüb, angelöst, gequollen	-
	XT-R	-	-	1	gequollen, angelöst, weiß	trüb, angelöst, gequollen	-
FAM-Prüfkraftstoff DIN 51604 C							
	233	-	-	1	gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
	XT	-	-	1	gequollen, angelöst	trüb, weiß, angelöst	-
	XT-R	-	-	1	gequollen, angelöst, weich	trüb, weiß, angelöst	-
Kraftstoff Nr. 1 DIN 53521							
	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT-R	-	o	28	leicht trüb	keine Veränderung	-
Kraftstoff Nr. 2 DIN 53521							
	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT	-	-	28	leicht gequollen	keine Veränderung	-
	XT-R	-	-	1	gequollen, weiß	keine Veränderung	-
Ottokraftstoff Normal (bleifrei)							
	233	-	-	28	gequollen, gelb	keine Veränderung	-
	XT	-	-	7	gequollen, matt, weich	keine Veränderung	-
	XT-R	-	-	1	gequollen, braun, matt	Oberfläche weiß, matt	-
Ottokraftstoff Normal (verbleit)							
	233	-	-	28	hellbraun verfärbt	keine Veränderung	-
	XT	-	-	28	gequollen, hellbraun	keine Veränderung	-
	XT-R	-	-	1	stark gequollen, weich, braun	Oberfläche weiß, matt	-

Ottokraftstoff Super (bleifrei)							
	233	**-**	**-**	**28**	**gequollen, gelb**	**keine Veränderung**	**-**
	XT	**-**	**-**	**7**	**gequollen, matt, weich**	**keine Veränderung**	**-**
	XT-R	**-**	**-**	**1**	**gequollen, braun, matt**	**Oberfläche weiß, matt**	**-**
Ottokraftstoff Super (verbleit)							
	233	**-**	**-**	**7**	**gequollen, weich, gelb**	**keine Veränderung**	**-**
	XT	**-**	**-**	**1**	**gequollen, matt, weich**	**keine Veränderung**	**-**
	XT-R	**-**	**-**	**1**	**sehr stark gequollen, weiß**	**Oberfläche weiß, matt**	**-**
Petroleum							
	233	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
	XT-R	**-**	**o**	**28**	**trüb, leicht gelb**	**keine Veränderung**	**-**

Säuren, organische und anorganische

Chemikalie Konz	**Mat**	**SP**	**CB**	**EZ**	**CB-Beurteilung**	**CB-Kurzzeit-prüfung**	**GB**
Zitronensäure							
10%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
10%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
10%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**Proben trüb, weiß**	**keine Veränderung**	**o**
38%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
38%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
38%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**leicht trüb**	**keine Veränderung**	**o**
Ameisensäure							
5%	**233**		**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	
5%	**XT**		**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	
5%	**XT-R**		**o**	**28**	**leicht trüb**	**keine Veränderung**	

Essigsäure							
100%	233	-	-	1	Proben aufgelöst	keine Veränderung	-
100%	XT	-	-	1	Proben aufgelöst	leicht angelöst	-
100%	XT-R	-	-	1	Proben aufgelöst	stark angelöst, weiß	-
5%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
5%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
5%	XT-R	+	o	28	Proben trüb, weiß	keine Veränderung	o
Flußsäure							
40%	233	-	-	1	gequollen, weich, weiß	leicht gequollen	-
40%	XT	-	-	1	gequollen, weich, weiß	ganz leicht matt, gequollen	-
40%	XT-R	-	-	1	gequollen, weich, weiß	leicht matt, leicht gequollen	-
Milchsäure							
20%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
20%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
20%	XT-R	-	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	-
90%	233	-	-	7	stark gequollen, weiß, weich	keine Veränderung	-
90%	XT	-	-	1	stark angelöst, weiß	keine Veränderung	-
90%	XT-R	-	-	1	stark angelöst, weiß	keine Veränderung	-
Oxalsäure							
8,7%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
8,7%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
8,7%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Phosphorsäure							
10%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
50%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
50%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
50%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
85%	233	-	-	1	stark gequollen	keine Veränderung	-
85%	XT	-	-	1	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-
85%	XT-R	-	-	1	stark gequollen, angelöst	keine Veränderung	-

Salpetersäure							
10%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
10%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
10%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**gelb, trüb**	**keine Veränderung**	**o**
40%	**233**	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
40%	**XT**	**-**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**o**
40%	**XT-R**	**-**	**-**	**28**	**gedeckt grau**	**keine Veränderung**	**-**
65%	**233**	**-**	**-**	**1**	**sehr stark gequollen, weich**	**matt, weiß, gequollen**	**-**
65%	**XT**	**-**	**-**	**1**	**sehr stark gequollen, weich**	**matt, weiß, gequollen**	**-**
65%	**XT-R**	**-**	**-**	**1**	**sehr stark gequollen, weich**	**matt, weiß, gequollen**	**-**
Salzsäure							
10%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
10%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
10%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**weiß, trüb**	**keine Veränderung**	**o**
32%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
32%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
32%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**grau, leicht trüb**	**keine Veränderung**	**o**
Schwefelsäure							
3%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
3%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
3%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**weiß, trüb**	**keine Veränderung**	**o**
30%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
30%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
30%	**XT-R**	**+**	**o**	**1**	**leicht trüb**	**keine Veränderung**	**o**
98%	**233**	**-**	**-**	**1**	**stark gequollen**	**matt, weiß, gequollen**	**-**
98%	**XT**	**-**	**-**	**1**	**stark gequollen, weiß**	**matt, weiß, gequollen**	**-**
98%	**XT-R**	**-**	**-**	**1**	**stark gequollen, rot**	**matt, weiß, gequollen**	**-**
Sulfaminsäure (Amidosulfonsäure)							
18%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
18%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
18%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**trüb, weiß**	**keine Veränderung**	**o**

Weinsäure							
50%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
50%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
50%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Ölsäure							
99%	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
99%	XT-R	-	o	28	leicht trüb, matt	keine Veränderung	-

Laugen

Chemikalie Konz	Mat	SP	CB	EZ	CB-Beurteilung	CB-Kurzzeit-prüfung	GB
Ammoniak-Lösung							
10%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT-R	+	o	28	Proben weiß (trüb)	keine Veränderung	o
25%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
25%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
25%	XT-R	+	o	28	Proben weiß	keine Veränderung	o
Natronlauge							
1%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
1%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
1%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
10%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
30%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
30%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
30%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+

Salze, anorganische und organische (gesättigte Lösungen)

Chemikalie Konz	Mat	SP	CB	EZ	CB-Beurteilung	CB-Kurzzeit-prüfung	GB
Aluminiumchlorid							
42%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
42%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
42%	XT-R	+	o	28	leicht trüb	keine Veränderung	o
Eisen(II)sulfat							
21%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
21%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
21%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Eisen(III)chlorid							
48%	233	+	o	28	leicht braun	keine Veränderung	o
48%	XT	+	o	28	leicht braun	keine Veränderung	o
48%	XT-R	+	o	28	gelb, trüb, matt	keine Veränderung	o
Kaliumaluminium-sulfat (Alaun)							
5%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
5%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
5%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Kaliumcarbonat							
50%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
50%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
50%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
Kaliumchlorid							
25%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
25%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
25%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
Kaliumnitrat							
24%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
24%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
24%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o

Kalium-Permanganate							
6%	233	+	+	28	matt, Oberfläche braun	keine Veränderung	+
6%	XT	+	+	28	matt, Oberfläche braun	keine Veränderung	+
6%	XT-R	+	+	28	matt, Oberfläche schwarz	keine Veränderung	+
Kaliumsulfat							
10%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT-R	+	o	28	leicht trüb	keine Veränderung	o
Kupfersulfat							
17%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
17%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
17%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Magnesiumsulfat							
21%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
21%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
21%	XT-R	+	+	28	leicht trüb	keine Veränderung	o
Natriumacetat							
32%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
32%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
32%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
Natriumcarbonat (Soda)							
2%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
2%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
2%	XT-R	+	o	28	Proben trüb, weiß	keine Veränderung	o
20%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
20%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
20%	XT-R	+	o	28	Proben trüb	keine Veränderung	o
Natriumchlorid (Kochsalz)							
10%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
10%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o

Natriumphosphat							
20%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
20%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
20%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**leicht trüb**	**keine Veränderung**	**o**
Natriumdihydrogen-phosphat							
50%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
50%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
50%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**ganz leicht trüb**	**keine Veränderung**	**o**
Dinatriumhydrogen-phosphat							
8,5%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
8,5%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
8,5%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**trüb, weiß**	**keine Veränderung**	**o**
Natriumhydrogen-sulfat							
40%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
40%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
40%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**trüb, weiß**	**keine Veränderung**	**o**
Natriumnitrat							
45%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
45%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
45%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**leicht trüb**	**keine Veränderung**	**o**
Natriumsulfat (Glaubersalz)							
25%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
25%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
25%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**trüb, weiß**	**keine Veränderung**	**o**
Natriumchlorat							
49%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
49%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
49%	**XT-R**	**+**	**o**	**28**	**trüb, weiß**	**keine Veränderung**	**o**
Natriumthiosulfat							
41%	**233**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
41%	**XT**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**
41%	**XT-R**	**+**	**+**	**28**	**keine Veränderung**	**keine Veränderung**	**+**

Zinkchlorid							
50%	233	o	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
50%	XT	o	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
50%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Zinksulfat							
35%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
35%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
35%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Harnstoff							
51%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
51%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
51%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
Hydrochinon							
6,7%	233	-	o	28	klar braun verfärbt	keine Veränderung	-
6,7%	XT	-	-	28	gedeckt rotbraun verfärbt	keine Veränderung	-
6,7%	XT-R	+	-	28	klar braun verfärbt	keine Veränderung	o

Anorganische Verbindungen

Chemikalie Konz	Mat	SP	CB	EZ	CB-Beurteilung	CB-Kurzzeit-prüfung	GB
Hydrazin							
15%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
15%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
15%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
Wasserstoff-peroxid (Wasserstoff-superoxid, Perhydrol)							
3%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
3%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
3%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
30%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
30%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
30%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o

Natriumhypo-chlorid							
12%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
12%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
12%	XT-R	+	o	28	trüb, weiß	keine Veränderung	o
Wasser, vollentsalzt							
	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+

Organische Verbindungen

Chemikalie Konz	Mat	SP	CB	EZ	CB-Beurteilung	CB-Kurzzeit-prüfung	GB
Dibutylphthalat							
99%	233	-	-	28	angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT	-	-	28	angelöst	keine Veränderung	-
99%	XT-R	-	-	1	gequollen, angelöst, weiß	keine Veränderung	-
Diisobutylphthalat							
97%	233		+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	
97%	XT		-	28	angelöst	keine Veränderung	-
97%	XT-R		-	28	stark angelöst, trüb, Spannungsrisse	keine Veränderung	-
Paraffin, dünnflüssig							
100%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
100%	XT	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
100%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
Sebacinsäure-bis-2-ethyl-hexylester (Dioctylsebacat)							
	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT-R	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
Trikresylphosphat							
	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT	-	-	28	keine Veränderung	keine Veränderung	-
	XT-R	-	-	7	angelöst, matt	keine Veränderung	-

Rizinusöl							
	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
	XT-R	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
Sojabohnenöl							
	233	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
	XT-R	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
Triethanolamin							
98%	233	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+
98%	XT	-	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	o
98%	XT-R	+	+	28	keine Veränderung	keine Veränderung	+

Kenn-Nr. 211-4 Mai 2000

Business Unit Performance Polymers
Evonik Röhm GmbH Kirschenallee, 64293 Darmstadt, Deutschland.
info@plexiglas.de www.plexiglas.de www.evonik.com